



**Deutsches Zentrum  
für Luft- und Raumfahrt e.V.**



**Fachhochschule Köln**  
Cologne University of Applied Sciences

---

## **Masterthesis**

# **Aufbau und experimentelle Validierung einer elektromagnetischen Levitationsanlage zur Ermittlung materialspezifischer Konstanten flüssiger Metallschmelzen**

**David Heuskin**

**Matrikelnummer: 11068727**

**Eingereicht am: 16. Dezember 2009**

**david.heuskin@dlr.de**

**Prof. Dr. Hans-Willi Langenbahn**

**Auf der Ley 3, 53773 Hennef**

**Dr. Stephan Schneider**

**Tel: 02248/445783**

**Dipl. Ing. Marc Engelhardt (Msc)**



# **1 Erklärung**

**Hiermit versichere ich, die vorliegende Arbeit selbständig und ohne fremde Hilfe angefertigt zu haben.**

**Die verwendete Literatur und sonstige Hilfsmittel sind vollständig angegeben.**

**Hennef, 14. Dezember 2009**

**David Heuskin**

-----

<b>Inhaltsverzeichnis.....</b>	<b>Kapitel/Seite</b>
<b>1 Erklärung .....</b>	<b>3</b>
<b>2 Kurzfassung .....</b>	<b>2-7</b>
<b>3 Abstract .....</b>	<b>3-10</b>
<b>4 Einleitung .....</b>	<b>4-13</b>
<b>5 Stand der Technik.....</b>	<b>5-15</b>
<b>6 TEMPUS-Anlage.....</b>	<b>6-17</b>
<b>7 Abdampfplattenmessanlage .....</b>	<b>7-20</b>
<b>8 Physikalische Grundlagen .....</b>	<b>8-24</b>
8.1 Grundlagen der Unterkühlung .....	8-24
8.2 Keimbildung in Metallschmelzen .....	8-26
8.2.1 Homogene Keimbildung .....	8-26
8.2.2 Heterogene Keimbildung .....	8-28
8.3 Berührungsfreie Methoden .....	8-29
<b>9 Elektromagnetische Levitation .....</b>	<b>9-30</b>
9.1 Kraft auf eine levitierte Probe .....	9-31
9.2 Wärmeverluste .....	9-33
<b>10 Experimentelle Anforderungen .....</b>	<b>10-35</b>
<b>11 Experimenteller Aufbau.....</b>	<b>11-36</b>
11.1 Prinzipieller Aufbau.....	11-36
11.2 Rezipient .....	11-38
11.3 Vakuum.....	11-41
11.4 Druckmessung bis $1 \times 10^{-10}$ mbar .....	11-43
11.4.1 Pirani-Messsystem .....	11-44
11.4.2 Bayard-Alpert-Messsystem .....	11-44
11.5 Druckregelung .....	11-45
11.5.1 Druckmessung zwischen 0,1 und 1000 mbar .....	11-45
11.5.2 Sensor .....	11-45
11.5.3 Schmetterlingsventil MKS 253B Exhaust Throttle Valve .....	11-46
11.5.4 Pressure Controller MKS 651C.....	11-47

11.6	Temperaturerfassung .....	11-48
11.6.1	Pyrometrie .....	11-48
11.6.2	Pyrometer Impac IGA 140 .....	11-50
11.6.3	Spiegelsystem.....	11-50
11.7	Schichtdickenmessgerät / Quarzkristall-Dünnschichtmonitor .....	11-52
11.7.1	Schwingende Systeme zur Massenbestimmung.....	11-52
11.7.2	Quarzwaagen.....	11-53
11.7.3	Resonanzverhalten .....	11-54
11.7.4	XTM/ 2 Schichtdickenmonitor.....	11-55
11.8	Mittelfrequenzgenerator TIG 5 .....	11-56
11.8.1	AUFBAU DES MF-GENERATORS .....	11-57
11.9	Spulensystem .....	11-60
<b>12</b>	<b>Validierung .....</b>	<b>12-64</b>
12.1	Versuchsaufbau.....	12-65
12.2	Probenmassenverlust .....	12-66
12.2.1	Probenpräparation (erster Schmelzyklus).....	12-66
12.2.2	Ermittlung des Masseverlustes.....	12-66
12.3	Messergebnisse- Masseverlustexperimente .....	12-68
12.4	Berechnung des abgedampften Materials .....	12-68
12.5	Zusammenfassung .....	12-70
12.5.1	Umgebungsbedingungen.....	12-70
12.5.2	Anpassung und Überprüfung der pyrometrischen Temperaturmessung...	12-71
12.5.3	Waage.....	12-71
12.5.4	Probenmaterial .....	12-71
12.5.5	Experimentdurchführung .....	12-72
12.5.6	Versuchsdurchführung .....	12-72
12.5.7	Durchgeführte Experimente .....	12-75
12.5.8	Temperaturprofile.....	12-75
12.5.9	Gemessene Abdampfraten.....	12-76
<b>13</b>	<b>Ausblick.....</b>	<b>13-77</b>
<b>14</b>	<b>Anhang A Arbeitsanweisung .....</b>	<b>14-80</b>

<b>15</b>	<b>Anhang B.....</b>	<b>15-83</b>
15.1	Konstruktionszeichnung .....	15-83
<b>16</b>	<b>Abbildungsverzeichnis.....</b>	<b>16-84</b>
<b>17</b>	<b>Literaturverzeichnis.....</b>	<b>17-86</b>
<b>18</b>	<b>Formelverzeichnis .....</b>	<b>18-87</b>

## 2 Kurzfassung

Das tiegelfreie elektromagnetische Prozessieren ist eine Schlüsseltechnologie für die Materialwissenschaften, um die Bildung von metastabilen Phasen und Nukleationsphänomenen zu studieren sowie wichtige thermophysikalische Materialeigenschaften wie Wärmekapazität, Oberflächenspannung, thermische Leitfähigkeit und Viskosität von hochschmelzenden Proben zu messen. Im Institut für Materialphysik im Weltraum der DLR in Köln werden Methoden zum behälterfreien Prozessieren von Metallschmelzen unter reduzierter Schwerkraft seit Jahren eingesetzt, um Nicht-Gleichgewichtserstarrung zu untersuchen.

Bei terrestrischen Levitationsexperimenten deformieren Schwerkraft und das levitierende Magnetfeld die Probe. Das verformende Magnetfeld verursacht Rührkräfte in der Probe und verhindert somit eine genaue Auswertung des Schwingungsspektrums der Probe. Die Mikrogravitation bietet die Möglichkeit, die Schwingungen kugelförmiger Proben zu messen, da im Gegensatz zu erdgebundenen Experimenten die Proben von beeinflussenden Positionierungsfeldern entkoppelt sind. Das DLR nutzt für diese Experimente die Tempus-Apparatur. TEMPUS steht für **T**iegelfreies **E**lektromagnetisches **P**rozessieren **U**nter **S**chwerelosigkeit und beschreibt eine wissenschaftliche Experimentieranlage für die Forschung an schmelzflüssigen und unterkühlten Metallen und Legierungen. In der Anlage können elektrisch leitende Proben mit Durchmessern von sechs bis zehn Millimetern in einer stromdurchflossenen Spule zum Schweben gebracht, erhitzt und aufgeschmolzen werden. Da die Proben frei in der Spule schweben, wird im Gegensatz zu herkömmlichen Schmelzprozessen in Öfen kein Behälter (Tiegel) benötigt. Die teilweise chemisch äußerst reaktionsfreudigen Metallschmelzen kommen daher nicht in Berührung mit dem Tiegelmateriale. Dadurch werden sie nicht verunreinigt und es gelingt sogar, die Metalle unterhalb ihres Erstarrungspunktes flüssig zu halten (Unterkühlung). Durch vergleichende Experimente im Weltraum und auf der Erde werden schwerkraftgetriebene Phänomene wie Konvektion,

Sedimentation und Auftrieb der experimentellen Bestimmung zugänglich, eine Voraussetzung für die Entwicklung physikalischer Modelle zur quantitativen Beschreibung von Erstarrungsvorgängen.

Die TEMPUS-Anlage wird auf Parabelflügen, und in modifizierter Form auf TEXUS-Höhenforschungsraketen eingesetzt. Hierbei ergeben sich effektive Prozessierzeiten in Schwerelosigkeit von 22 bzw. 300 Sekunden. Für Langzeituntersuchungen soll eine modular aufgebaute Anlage im Jahre 2011 auf der Internationalen Raumstation (ISS) im europäischen Raumlabor COLUMBUS integriert werden.

Wenn Proben im Vakuum wesentlich über ihren Schmelzpunkt erhitzt werden, verdampft ein nicht zu vernachlässigender Teil des Materials von der Probenoberfläche und schlägt sich anschließend auf benachbarten kalten Teilen der Anlage nieder. Wird unter einer Gasatmosphäre prozessiert, so wird der Materialfluss der abgedampften Teilchen durch Diffusionsprozesse begrenzt. Durch den Gasstrom werden sie von der Probe abtransportiert und bilden Staub, der in der Atmosphäre verbleibt, oder an Oberflächen haftet, jedoch keine homogene Schicht bildet.

Niederschlag von Probenmaterial auf der wassergekühlten Kupferspule darf nicht zu elektrischen Kurzschlüssen zwischen den einzelnen Windungen führen. Durch den kumulativen Effekt vergrößert sich die Schichtdicke des aufgedampften Probenmaterials bis zu deren Ablösung von der Spule, bzw. von den Rezipientenwänden. Flocken sich von den Spulen ablösenden Materials können zur Probenverunreinigung und vorschneller Erstarrung führen. Um diese Gefahren zu minimieren, muss die temperaturabhängige Verdampfungsrate jedes einzelnen prozessierten Probenmaterials bestimmt werden. Genaue Temperatur/Zeitprofile der zu prozessierenden Proben stellen eine Voraussetzung hierfür dar.

Das primäre Untersuchungsziel der hier aufgebauten Abdampfplattenmessenanlage (ARMA) ist die detaillierte Untersuchung der unterschiedlichen Abdampfplatten von Materialien unter Vakuum und Schutzgasatmosphäre im Rahmen des Bodenbegleitprogrammes. Das Bodenbegleitprogramm beinhaltet die



Ausarbeitung und Verifikation der Parametersätze sowie die Erstellung der benötigten Temperatur/Zeit-Profile. Zu diesem Zweck wurde die Vakuumkammer der Experimentieranlage mit einem Quarzkristall-Dünnschichtmonitor ausgerüstet, um die Schichtdicke des aufgedampften Materials zu messen. Anhand eines Experimentplanes und dem Wissen über die unterschiedlichen Abdampfzeiten unter Vakuum und 400 mbar Schutzgasatmosphäre kann die während eines Experimentes abgedampfte Menge bestimmt werden und ein detaillierter Ablaufplan erstellt werden. Die toxische Konzentration durch Metallpartikel in der Atemluft, die durch das Öffnen oder eine Beschädigung der Experimentkammer auf der Raumstation freigesetzt würden, begrenzt zudem die Abdampfmenge und damit die Prozessierdauer der zu untersuchenden Proben. Untersuchungen des kumulativen Effektes zeigen, dass die Gesamtdicke der auf den Spulen aufgedampften Menge 20µm nicht überschreiten sollte, um eine stabile Schichtung zu garantieren. Diese Grenze wurde von der ESA als Experimentanforderung übernommen. Die Abdampfzeit der einzelnen Proben bestimmt somit deren mögliche Prozessierdauer auf der Raumstation. Auf MSL-EML sind zu Beginn 10 Experimentcontainer (Batches) mit je 18 Proben vorgesehen welche sich die maximale aufgedampfte Schichtdicke teilen. Stark dampfende Materialien müssen somit kürzer prozessiert als wenig dampfende und sich diese knappe Ressource teilen. Das Ziel der Anlage besteht somit in der Messung der druck- und temperaturabhängigen Abdampfzeiten der einzelnen zu prozessierenden Proben.

### 3 Abstract

The electromagnetic processing without crucibles is a key technology for materials science to study the formation of meta-stable phases and nucleation phenomena and it also allows the measuring of important thermo-physical material properties such as heat capacity, surface tension, thermal conductivity and viscosity of high-melting samples. In Cologne, at the DLR institute for materials science (*Materialphysik*) in space, methods for processing molten metal without receptacles under reduced gravity have been employed for years to analyse non-equilibrated solidification.

During terrestrial levitation experiments, gravity and the magnetic field deform the sample. Therefore, an exact evaluation of the vibrational spectrum of a-spherical samples is only possible if corrections are applied. Micro-gravitation offers the possibility to measure the oscillation of ball-shaped samples because, in opposition to earthbound experiments, the samples are decoupled from the interfering positioning fields. For this kind of experiment the DLR uses the TEMPUS-apparatus. TEMPUS stands for *Tiegelfreies Elektromagnetisches Prozessieren unter Schwerelosigkeit* (electromagnetic processing without platens at zero gravity) and describes a scientific experimentation apparatus where fused and undercooled metals and alloys are researched. In this apparatus, electronically conducting samples with a diameter between six and ten millimetres can be brought to levitate, heat up and melt in a inductor coil with electric current. Since the samples levitate free from the coil, no container is needed, in opposition to conventional smelting in a furnace. Thus, the molten metal, which can be chemically very reactive at times, does not touch the material of the container. Consequently, the samples are not contaminated and it is even possible to keep the metals liquid below their solidification point. Comparative experiments in space and on earth allow the experiential designation of gravitational phenomena such as convection, sedimentation and uplift, which is a pre-requisite for the development of physical models to quantitatively describe solidification processes.

The TEMPUS apparatus is used during parabola flights and a modified version is also employed in TEXUS-altitudinal research missiles. This produces effective processing times at zero gravity between 22 and 300 seconds. In the light of long term research, a modular mechanism is meant to be installed on the ISS (International Space Station) in the European space laboratory COLUMBUS in 2011.

When samples are heated significantly above their melting point in a vacuum environment, a considerable amount of the material from the sample surface evaporates and condenses on the neighbouring cold parts of the machine. If the processing takes place in a gas atmosphere, the material flow of the condensed particles is limited due to the diffusion process. The gas flow transports the particles away from the sample and the particles then form dust, which remains in the atmosphere or sticks to surfaces, but does not form a homogenous layer.

Condensation from the sample material on the water-cooled copper coil must not cause electronic short-circuits between the various coils. The cumulative effect makes the layer of the condensed sample material thicken to the point that it separates from the coils, or from the walls of the recipient respectively. Material flakes that separate from the coils can cause contamination of the sample or premature consolidation. In order to minimise these dangers, the temperature-dependent condensation rate of each material to be processed has to be determined. Hence, exact temperature and time profiles of the samples to be processed are an indispensable pre-requisite.

The primary research aim of the assembled equipment to measure condensation rates (ARMA – *Abdampfratenmessanlage*) is the detailed analysis of the various condensation rates of material under a vacuum environment and under a protective gas atmosphere within the overall framework of the ground accompanying programme. For this purpose, the vacuum chamber of the experimentation machine has been equipped with a deposition monitor to measure the layer thickness of the condensed material. The amount of condensed material during an experiment can be determined with the help of

both, an experimentation plan, and the knowledge of the different condensation rates under in a vacuum environment and 400mbar protective gas atmosphere. As a result, a detailed schedule can be set up. Opening of, or damage to, the experimentation chamber can release toxic concentrations of metal particles into the space platform. A limited amount of condensation and the resulting reduced layer thickness also diminish the processing time of the samples to be analysed. Analyses of the cumulative effect have shown that the overall thickness of the condensed material on the coils should not exceed 20µm to guarantee a stable layering. This limit has been adopted by the ESA as the research requirement. The condensation rate of the individual samples thus defines their possible processing time on the space platform. Ten experimentation containers (batches) with eighteen samples each are scheduled to be on the MSL-EML in a first stage as they can share among themselves the maximum amount of condensed layer thickness. Heavily fuming materials thus have to be processed for a shorter time than less fuming materials in order to adequately divide up this limited resource.

## 4 Einleitung

Zahlreiche geologische und technische Abläufe werden durch Fließ- und Erstarrungsprozesse von Schmelzen bestimmt: So beeinflusst die Dichte und Viskosität von Silikatschmelzen den Magmafluss in der Erdkruste, mehr als 90% der heute verwendeten metallischen Werkstoffe entstehen aus der Schmelze. Hierbei kontrollieren Prozesse auf molekularer Ebene den Materietransport und die Strukturbildung bei der Erstarrung.

Das Institut für Materialphysik im Weltraum des Deutschen Zentrums für Luft- und Raumfahrt in Köln erforscht Eigenschaften von Schmelzen und ihre Erstarrung auf allen Längenskalen mit theoretischen und experimentellen Methoden. Ziel ist es, die Eigenschaften von Werkstoffen aus dieser Kenntnis vorherzusagen und somit Materialdesign aus der Schmelze zu ermöglichen.

Durch vergleichende Experimente im Weltraum und auf der Erde werden schwerkraftgetriebene Phänomene wie Konvektion, Sedimentation und Auftrieb der experimentellen Bestimmung zugänglich, eine Voraussetzung für die Entwicklung physikalischer Modelle zur quantitativen Beschreibung von Erstarrungsvorgängen.

Besonders bei allen Gießereiprozessen sind die Viskosität und die Oberflächenspannung der Schmelze entscheidende Größen, da dort die Zähigkeit der Flüssigkeit beim Guss in eine Form die Verteilung und Fließgeschwindigkeit der Schmelze beeinflusst. Zur Untersuchung materialspezifischer Konstanten flüssiger Metallschmelzen gibt es zwar viele verschiedene Messmethoden, aber die Mehrzahl beschränkt sich auf Temperaturbereiche über dem Schmelzpunkt. Messungen bei Temperaturen unter dem Schmelzpunkt erweisen sich als besonders schwierig, da sich eine solche unterkühlte Flüssigkeit in einem metastabilen Zustand befindet und den festen Zustand anstrebt. Die Entstehung einer festen Struktur in Metallen beginnt mit der Keimbildung, der Bildung der ersten stabilen Kristalle in einer metallischen Schmelze. Das Ziel von Untersuchungen im unterkühlten Bereich liegt darin, den Keimbildungsprozess zu verstehen, den ersten Schritt in der

Entwicklung einer Struktur. Unter geeigneten Bedingungen können Metallschmelzen weit unter ihren Gleichgewichts-Erstarrungspunkt abgekühlt werden, bevor Keimbildung eintritt. Dieses Phänomen, als Unterkühlbarkeit bekannt, wird genutzt, um metastabile Strukturen und Phasen mit einzigartigen Eigenschaften herzustellen. Für physikalische Untersuchungen in diesem metastabilen Bereich unterkühlter Metallschmelzen sind daher besondere Untersuchungstechniken notwendig. Eine Möglichkeit, unterkühlte Metallschmelzen zu prozessieren und deren thermophysikalische Eigenschaften zu messen, bietet die elektromagnetische Levitation, da diese ein berührungsfreies Verfahren ist und somit die heterogene Keimbildung in der Schmelze verhindern. Dieses Verfahren wird im Verlauf dieser Arbeit noch ausführlich beschrieben.

## 5 Stand der Technik

Das tiegelfreie elektromagnetische Prozessieren ist eine Schlüsseltechnologie für die Materialwissenschaften, um die Bildung von metastabilen Phasen und Nukleationsphänomenen zu studieren sowie wichtige thermophysikalische Materialeigenschaften wie Wärmekapazität, Oberflächenspannung, thermische Leitfähigkeit und Viskosität von hochschmelzenden Proben zu messen.

Oberflächenspannung und Viskosität flüssiger Metalle sind von großem praktischem Interesse für die metallverarbeitende Industrie, da sie die Benetzungs- bzw. Fließeigenschaften der Schmelze bestimmen. Sie spielen daher beim Löten, Schweißen und Gießen eine zentrale Rolle. Bei der Erstarrung aus der unterkühlten Schmelze beeinflusst zudem die Viskosität die Keimbildungsrate und damit die Geschwindigkeit des Erstarrungsprozesses sowie die Morphologie des erstarrten Gefüges.

Oberflächenspannung  $\sigma$  und Viskosität  $\eta$  lassen sich mit Hilfe der Levitationstechnik bestimmen, indem man die freischwebende Probe zu Oberflächenschwingungen anregt und Frequenz und Dämpfung der Eigenschwingungen misst. Für eine kugelförmige flüssige Probe die sich im Gleichgewicht befindet, sind Frequenz  $\omega_l$  und Dämpfung  $\gamma_l$  der Eigenschwingungen gegeben durch:

$$\omega_l = \sqrt{R(l(l-1)(l+2)\sigma/(\rho R_o^3))}$$
$$\gamma_l = (l-1)(2l+1)\eta/(\rho R_o^2)$$

Dabei sind  $\rho$  die Dichte und  $R_o$  der Radius der Probe.

Bei terrestrischen Levitationsexperimenten deformieren Schwerkraft und das Magnetfeld die Probe; die Abweichung von der Kugelform führt zu einer Verschiebung und Aufspaltung der oben angegebenen Frequenzen. Daher ist eine genaue Auswertung des Schwingungsspektrums asphärischer Proben nur mit Korrekturen möglich. Die Mikrogravitation bietet die Möglichkeit, die Schwingungen kugelförmiger Proben zu messen. Um mit Hilfe der

Levitationstechnik im Bereich starker Unterkühlung genaue Ergebnisse zu erzielen, müssen alle unerwünschten Dämpfungseffekte die Magnetfelder auslösen, die die viskose Dämpfung überlagern würden, ausgeschaltet oder weitestgehend reduziert werden. Diese Voraussetzungen sind auf der Erde nicht erfüllt; daher ist eine Messung der Viskosität unterkühlter Schmelzen nur unter Weltraumbedingungen möglich.

Zur Positionierung unter reduzierter Schwerkraft müssen nur kleine Restbeschleunigungen ( $<10^{-3}$ ) durch das elektromagnetische Hochfrequenz-Feld kompensiert werden, so dass gegenüber einer Levitation unter 1g-Bedingungen wesentlich kleinere Wirbelströme in der Probe erzeugt werden. Dadurch bietet sich die Möglichkeit, im Weltraum in den Bereich größerer Unterkühlung vorzustoßen. Zusätzlich werden die elektromagnetischen Rührkräfte in der flüssigen Probe stark reduziert, was von großer Bedeutung für Experimente zur Unterkühlung und Erstarrung ist.



## 6 TEMPUS-Anlage

Im Institut für Materialphysik im Weltraum der DLR in Köln nutzt zum behälterfreien Prozessieren von Metallschmelzen unter reduzierter Schwerkraft die TEMPUS-Apparatur<sup>1</sup>, um Nicht-Gleichgewichtserstarrung zu untersuchen. Das Spulensystem besteht im Gegensatz zur erdgebundenen Levitation aus zwei getrennten Spulen.

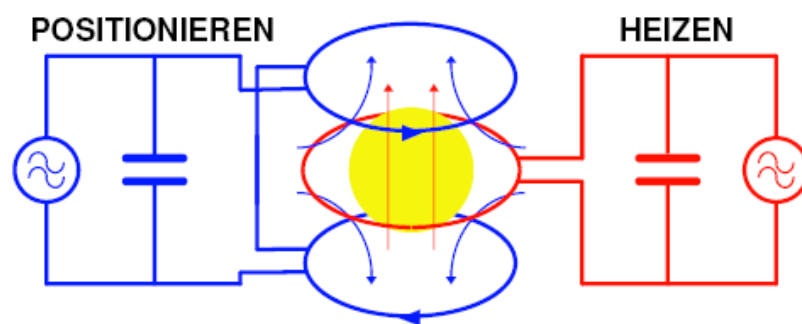


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Spulensystems der TEMPUS-Anlage

Eine Spule erzeugt ein Feld mit einem Quadrupol-Magnetfeldgradienten und hat die Aufgabe, die Probe zu positionieren. Da die Messung unter Schwerelosigkeit erfolgt, ist keine Levitationskraft vonnöten, und man braucht nur ein schwaches Feld, um die Probe in der Mitte der Spule zu halten. Die zweite Spule erzeugt ein homogenes Dipolfeld und wird zum induktiven Aufheizen der Probe benutzt. Das Heizen und Positionieren kann hier getrennt erfolgen, da das Positionierfeld sehr gering ist und die damit verbundenen Wirbelströme kaum Heizleistung besitzen.

Nach einer Rechnung von G. Lohöfer [4] liegt die magnetische Flussdichte des Positionierfeldes der TEMPUS-Anlage bei 0.0088 Tesla, während bei eingeschaltetem Heizfeld ein Feld von 0.014 Tesla präsent sein kann. Da die Dämpfung der Probenschwingung die durch elektromagnetische Rührkräfte

---

<sup>1</sup> TEMPUS steht hierbei für **T**iegelfreies **E**lektro**M**agnetisches **P**ositionieren **U**nter **S**chwerelosigkeit

hervorgerufen wird vom Quadrat der Hartmannzahl<sup>2</sup> und somit vom Quadrat der magnetischen Flussdichte<sup>3</sup> abhängt, folgt daraus, dass die Dämpfung durch das Positionierfeld in TEMPUS um 2 Größenordnungen geringer ist, als durch das Levitationsfeld auf der Erde. Selbst bei eingeschalteter Heizspule beträgt das Feld nur ein vierzigstel des Feldes einer Levitationsanlage auf der Erde.



Abbildung 2: Die Tempus-Anlage für das Spacelab MSL-1 1997

Die TEMPUS-Anlage wird auf Parabelflügen, und in modifizierter Form auf TEXUS-Höhenforschungsraketen eingesetzt. Hierbei ergeben sich effektive Prozessierzeiten von 22 bzw. 300 Sekunden. Für Langzeituntersuchungen soll eine modular aufgebaute Anlage auf der Internationalen Raumstation (ISS) im europäischen Raumlabor COLUMBUS integriert werden. Das Kernelement von MSL-EML<sup>4</sup> basiert auf der TEMPUS-Anlage. Frühere Modelle von MSL-EML

---

<sup>2</sup> Die Hartmannzahl definiert ein Verhältnis zwischen viskosen und magnetisch induzierten Reibungskräften und ist definiert als:  $H_a = \sqrt{\frac{\sigma}{\eta}} B h$  wobei  $\sigma$  die elektrische Leitfähigkeit ist und  $\eta$  die dynamische Viskosität

<sup>3</sup> Magnetische Flussdichte:  $\vec{B} = \mu \cdot \vec{H}$  mit  $\vec{H}$  als magnetische Feldstärke und  $\mu$  die Permeabilität

<sup>4</sup> MSL-EML (Material Science Lab - ElectroMagnetic Levitator)

wurden bereits in Kooperation mit der NASA<sup>5</sup> auf drei Spacelab-Missionen erfolgreich eingesetzt. MSL-EML ist ein kooperatives Projekt zwischen der ESA und dem DLR, bei dem das DLR den so genannten Experimenteinschub bereitstellt und ESA<sup>6</sup> die Rack-Infrastruktur entwickelt und den Betrieb der Anlage auf der ISS übernimmt. Der Experimenteinschub mit den prozessierten Proben sowie eine Reihe von Untersystemen sind im Orbit austauschbar und garantieren einerseits eine lange Einsatzdauer der Anlage und ermöglichen eine ständige Anpassung an neue Experimentanforderungen. Der Start von MSL-EML zur Raumstation ist für Ende 2011 geplant.

---

<sup>5</sup> NASA steht für: National Aeronautics and Space Administration

<sup>6</sup> ESA steht für: European Space Agency

## 7 Abdampfratenmessanlage

Eine der Hauptaufgaben eines bodengebundenen Nutzer-Unterstützungsprogramms, für Experimente unter reduzierter Schwerkraft, ist die Bestimmung der für die Durchführung des Experiments im Weltraum benötigten Prozeßparameter.

Da das TEMPUS-Spulensystem für das tiegelfreie Prozessieren unter reduzierter Schwerkraft ausgelegt ist, können Proben nicht unter 1g-Bedingungen levitiert werden. Um Begleituntersuchungen auf der Erde durchzuführen sollte eine Levitationsanlage eingesetzt werden, in der die Proben, getragen von einem Hochfrequenzfeld, aufgeschmolzen und unterkühlt werden können. Die Probe bleibt zunächst auch unterhalb der Schmelztemperatur noch flüssig und erstarrt erst bei einer tieferen Temperatur, was man an der schlagartigen Erhöhung der Temperatur während der Rekaleszenz erkennt. Die Rekaleszenz ist dabei die Wiedererwärmung der Probe durch die freiwerdende Kristallisationswärme.

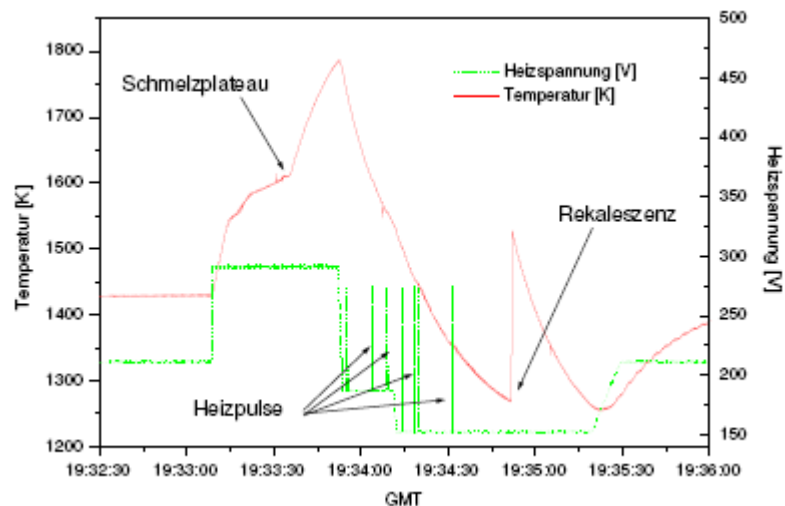


Abbildung 3: Beispielhafte Messzyklus einer  $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$  Probe

Obwohl man aus solchen Bodenexperimente viel lernen kann, haben sie doch einen gravierenden Nachteil: Das zur Kompensation der Schwerkraft notwendige Levitationsfeld heizt die Proben so stark auf, dass man sie im

Vakuum nur im flüssigen Zustand schweben lassen kann. Will man dennoch bis zur Verfestigung abkühlen, dann muss die Wärme mit einem Edelgas (z.B. Helium) abgeführt werden. Dabei besteht selbst bei Gas höchster Reinheit die Gefahr, dass sich Restverunreinigungen auf der Schmelze absetzen, die als Keim wirken und die Erstarrung vorzeitig auslösen. Da im Weltraum kein Levitationsfeld notwendig ist, entfällt die Gaskühlung.

Die im Rahmen dieser Masterarbeit aufgebaute Abdampfplattenmessanlage verfügt zudem über die Möglichkeit, Proben in einem Tiegel, bzw. auf einem Keramiksubstrat, mittels einer Heizspule aufzuschmelzen.

Wenn Proben im Vakuum wesentlich über ihren Schmelzpunkt erhitzt werden, verdampft ein nicht zu vernachlässigender Teil des Materials von der Probenoberfläche und schlägt sich anschließend auf benachbarten kalten Teilen der Anlage nieder. Wird unter einer Gasatmosphäre prozessiert, so wird der Materialfluss der abgedampften Teilchen durch Diffusionsprozesse begrenzt. Bei Gaskühlung kühlen die Atome und Cluster schneller ab, erstarren und verbinden sich. Durch den Gasstrom werden sie von der Probe abtransportiert und bilden Staub, der in der Atmosphäre verbleibt, oder an Oberflächen haftet, jedoch keine homogene Schicht bildet. Wegen der, in der Levitationstechnik, eingesetzten kontaktlosen Temperaturmessmethode muss sichergestellt werden, dass auf Fenstern und Spiegeln kondensierendes Material die Pyrometrie nicht beeinflusst. Um fehlerhafte Temperaturmessungen durch die sich ändernde Transmission zu vermeiden, wurde das Zugangsfenster der Anlage mit einem Doppelspiegel abgeschirmt da auf einen Spiegel aufgedampftes Probenmaterial die Reflexion der Spiegel nur sehr geringfügig beeinflusst.

Niederschlag von Probenmaterial auf der wassergekühlten Kupferspule darf nicht zu elektrischen Kurzschlüssen zwischen den einzelnen Windungen führen. Durch den kumulativen Effekt vergrößert sich die Schichtdicke des aufgedampften Probenmaterials bis zu deren Ablösung von der Spule, bzw. von den Rezipientenwänden. Flocken sich von den Spulen ablösenden Materials können zur Probenverunreinigung und vorschneller Erstarrung führen. Um diese Probleme zu minimieren, muss die temperaturabhängige

Verdampfungsrate jedes einzelnen prozessierten Probenmaterials bestimmt werden. Zu diesem Zweck wurde die Vakuumkammer mit einem Quarzkristall-Dünnschichtmonitor ausgerüstet, um die Schichtdicke des aufgedampften Materials zu messen. Untersuchungen des kumulativen Effektes zeigen, dass die Gesamtdicke der auf den Spulen aufgedampften Menge 20µm nicht überschreiten sollte, um eine stabile Schichtung zu garantieren. Diese Grenze wurde von der ESA als Experimentanforderung übernommen. Die Abdampfrate der einzelnen Proben bestimmt somit deren mögliche Prozessierdauer auf der Raumstation. Auf MSL-EML ist zu Beginn ein Experiment mit 18 Proben vorgesehen welche sich die maximale aufgedampfte Schichtdicke teilen. Stark dampfende Materialien werden somit kürzer prozessiert als wenig dampfende.

Das primäre Untersuchungsziel der hier aufgebauten Anlage ist die detaillierte Untersuchung der unterschiedlichen Abdampfraten von Materialien unter Vakuum und Schutzgasatmosphäre. Anhand eines Experimentplanes und dem Wissen über die unterschiedlichen Abdampfraten unter Vakuum und 400mbar Schutzgasatmosphäre kann die während eines Experimentes abgedampfte Menge bestimmt werden und ein detaillierter Ablaufplan erstellt werden. Die toxische Konzentration durch Metallpartikel in der Atemluft, die durch das Öffnen oder eine Beschädigung der Experimentkammer auf der Raumstation freigesetzt würden, begrenzt zudem die Abdampfmenge und die daraus resultierende Schichtdicke die Prozessierdauer der zu untersuchenden Proben.

Für die Planung und Durchführung von EML-Experimenten auf der Raumstation ISS, sowie für die Auswahl der Proben sind der toxische Level und die zu erwartende Schichtdicke in der Anlage bedeutend. Es muss gewährleistet sein, dass sich noch in der Experimentkammer befindliche, freie Staubpartikel durch die Vakuumpumpen abgepumpt und in Filtern gebunden werden um eine mögliche Staubgefährdung zu minimieren. Hierzu wurden bereits im Vorjahr Untersuchungen am Institut für Materialphysik mit unterschiedlichen Filterarten durchgeführt.

Ein weiteres Untersuchungsziel besteht darin, genaue Messungen der Emissivität der Probenmaterialien durchzuführen.

Die Abdampfratenmessanlage wurde mit einem Pyrometer ausgerüstet, welches im Bereich von 300°C bis 2400°C misst. Um die Probentemperatur aus ihrer thermischen Strahlung bestimmen zu können, muss die Emissivität der Proben im verwendeten Wellenlängenintervall bekannt sein. Messungen der Emissivität an flüssigen Proben wurden an, auf keramischen Substraten liegenden, Proben durchgeführt. Zur Kalibrierung wurden die gut bekannten fest-flüssig Übergangstemperaturen genutzt.



Abbildung 4: Abdampfratenmessanlage ARMA

## 8 Physikalische Grundlagen

### 8.1 Grundlagen der Unterkühlung

Die Erstarrung einer unterkühlten Schmelze wird durch die Keimbildung eingeleitet und beruht auf einer durch den Keim induzierten Zustandsänderung, der Kristallisation.

Die freie Enthalpie  $G$ , die vom Druck  $P$  und der Temperatur  $T$  abhängig ist, ist das thermodynamische Potential, das den Übergang einer Schmelze in einen Festkörper beschreibt.

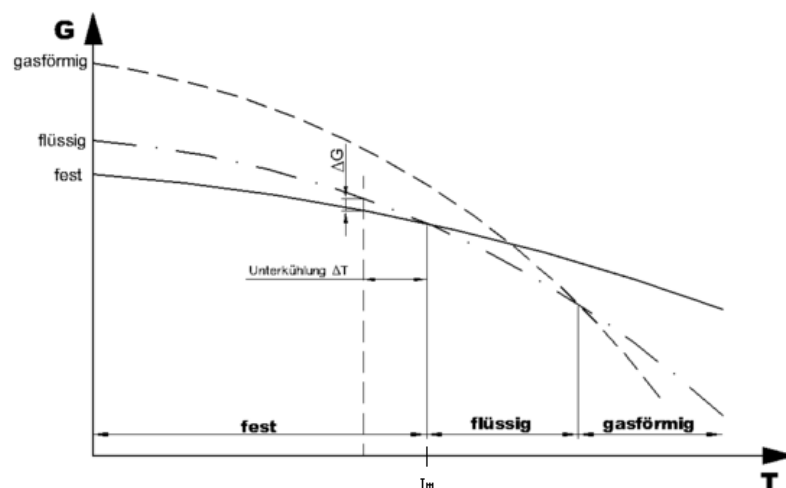


Abbildung 5: Freie Enthalpie in der flüssigen und festen Phase

Materialien erreichen ihren stabilsten Zustand bei der geringsten freien Enthalpie. Die Abbildung 5 verdeutlicht, dass der energetisch günstigste Zustand oberhalb der Schmelztemperatur  $T > T_m$  die flüssige Phase, sowie unterhalb  $T < T_m$  die feste Phase ist.

Wird eine Flüssigkeit unterhalb ihrer Schmelztemperatur  $T_m$  abgekühlt, so besteht die Möglichkeit, dass sie im flüssigen Zustand verharrt, obwohl dieser Zustand energetisch ungünstiger ist. In diesem Falle spricht man von einer unterkühlten Flüssigkeit. Hierbei ist  $\Delta G$  proportional zur treibenden Kraft der



Kristallisation. Je größer die Unterkühlung  $\Delta T = T_m - T$  wird, desto größer wird ebenfalls  $\Delta G = G_s - G_l$  der festen und der flüssigen Phase.

Sie errechnet sich aus der GIBBS-Formel:

$$\Delta G = \Delta H(T) - T\Delta S(T)$$

**Formel 1: GIBBS Formel zur freien Energie**

$\Delta G$ : Änderung der freien Energie, bei konstantem Druck (P) und der absoluten Temperatur (T)

$\Delta H$ : Änderung des Wärmeinhalts eines Systems

$\Delta S$ : Entropieänderung

Beim Übergang von der flüssigen zur festen Phase handelt es sich um einen Phasenübergang erster Ordnung, der durch Keimbildungsprozesse eingeleitet wird. Fehlt die zur Keimbildung benötigte Aktivierungsenergie, so kann eine Flüssigkeit im energetisch ungünstigeren Zustand der Unterkühlung verharren.

## 8.2 Keimbildung in Metallschmelzen

Um die Zustandsänderung einer unterkühlten Schmelze herbeizuführen die zur Erstarrung führt, wird eine zur Keimbildung induzierte Aktivierungsenergie benötigt. Turnbull und Fisher [2] entwickelten die, auf den Annahmen von Becker und Döring [1] basierende Theorie, welche die Einleitung eines Erstarrungsvorganges beschreibt.

Grundsätzlich unterscheidet man zwischen der homogenen und der heterogenen Keimbildung. Die homogene Keimbildung beschreibt einen, aus Fluktuationen in der Schmelze entstehenden Keim, bei der heterogenen Keimbildung wird die Zustandsänderung durch eine externe Fremdphase eingeleitet.

### 8.2.1 Homogene Keimbildung

Bereits 1926 wurden die ersten Grundlagen der Keimbildungstheorie durch Volmer und Weber [3] gelegt, die in Ihren Arbeiten, die Entstehung von Tropfen aus übersättigtem Dampf beschrieben. Diese Theorie wurde anschließend von Weber und Turnbull [3] auf den Phasenübergang von flüssig zu fest übertragen.

Zur Einleitung der Erstarrung einer unterkühlten Schmelze, ist zu Beginn die Bildung eines Keimes Voraussetzung, der durch Wachstum die Kristallisation einleitet.

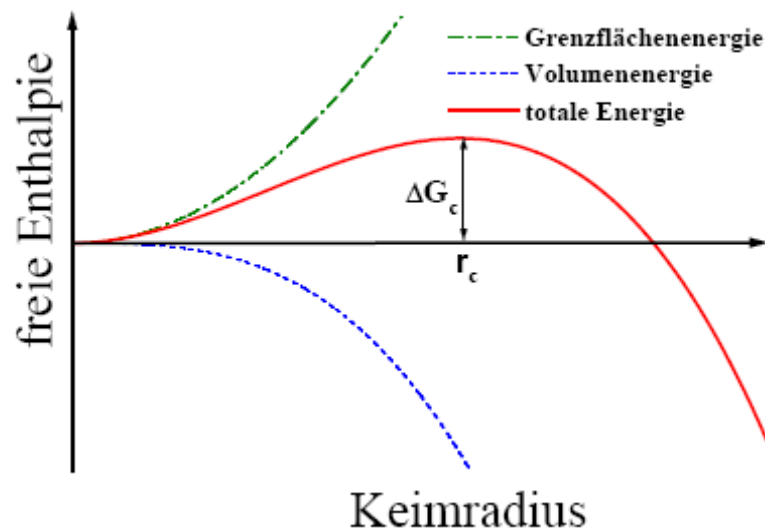
Aktuell geht man von der Ausbildung atomarer Cluster aus, die durch lokale Dichtefluktuationen der Schmelze entstehen und bereits eine der festen Phase ähnliche Ordnung aufweisen. Hierzu muss die Grenzflächenenergie aufgebracht werden, wobei durch die geringe Enthalpie des Festkörpers, gleichzeitig bei der Kristallisation Energie freigesetzt wird, welche proportional zum Clustervolumen ist.

Bei annähernd kugelförmigen Clustern errechnet sich die Energiebilanz aus:

$$\Delta G = \frac{4}{3}\pi r^3 \Delta g_v + 4\pi r^2 \sigma$$

**Formel 2: Energiebilanz**

Hierbei ist  $\Delta g_v$  die Differenz der freien Enthalpie pro Volumen. Da die treibende Kraft  $\Delta G$  mit der Unterkühlung der Schmelze zunimmt, nimmt ebenfalls die Wahrscheinlichkeit der Kristallisation zu. Diese Wahrscheinlichkeit sinkt erst mit sehr großen Unterkühlungen wieder, da bei niedrigen Temperaturen die thermische Energie der Flüssigkeit, und somit auch ihre Möglichkeit zur Keimbildung, geringer sind.



**Abbildung 6: Freie Enthalpie der Kristallbildung in Abhängigkeit vom Clusterradius**

Bei der homogenen Keimbildung kann die Entstehungsfrequenz  $I_h$  der Keime pro Volumen errechnet werden:

$$I_h = n \cdot K_h(T)$$

**Formel 3: Entstehungsfrequenz  $I_h$  bei homogener Keimbildung**

$K_h$  Funktion der Temperatur T und materialspezifischer Parameter

$n$  Anzahl der Atome pro Volumen in der Flüssigkeit

Diese Formel gilt für näherungsweise kugelförmige Proben und gilt unter der Annahme von sphärischen Clustern.

### 8.2.2 Heterogene Keimbildung

Bei der heterogenen Kristallisation führt ein katalytischer Fremdkörper zur Nukleation. Katalytische Fremdkörper können Metalloxide an der Oberfläche, Verunreinigungen oder Anlagerungen der Tiegelwände sein. Diese Fremdphasen setzen die Aktivierungsenergie herab und stellen ein Substrat dar, an dem der Keim wachsen kann.

Zur Berechnung der Aktivierungsenergie muss bei der Bilanzgleichung zusätzlich zur freien Enthalpie noch der Grenzflächenfaktor  $f(\Theta)$  berücksichtigt werden. Die Aktivierungsenergie wird hierbei um den Grenzflächenfaktor  $f(\Theta)$  reduziert:

$$\Delta G = \Delta G_{\text{hom}} f(\Theta)$$

$$0 < f(\Theta) < 1$$

**Formel 4: Aktivierungsenergie der heterogenen Keimbildung**

Ebenfalls lässt sich die Entstehungsfrequenz  $I_s$  bei der heterogenen Keimbildung errechnen, wobei hier die Größe der Kontaktfläche ausschlaggebend ist.

$$I_s = n_s \cdot f(\Theta) \cdot K_s(T)$$

**Formel 5: Entstehungsfrequenz  $I_s$  bei heterogener Keimbildung**

$K_s$  Funktion der Temperatur T und materialspezifischer Parameter

$f(\Theta)$  Maß für die katalytische Wirkung der Fremdschubstanz auf die Keimbildung

$\Theta$  Benetzungswinkel

$n_s$  Anzahl der Atome in der Flüssigkeit pro Flächeneinheit, welche in Kontakt mit dem Substrat steht

Da die meisten Materialien im Tiegel erhitzt und abgekühlt werden, führt der Kontakt mit den Tiegelwänden häufig zu heterogener Keimbildung an den Grenzflächen, welche somit eine Unterkühlung verhindert. Durch die reduzierte Aktivierungsenergie ist die heterogene Keimbildung gegenüber der homogenen dominant. Bei Experimenten an unterkühlten Flüssigkeiten sind somit hochreine Umgebungsbedingungen und eine berührungsfreie Prozessmethode erforderlich.

### 8.3 Berührungsfreie Methoden

Durch die Levitationstechnik ist es möglich, Proben frei schwebend und behälterfrei zu prozessieren. Hierdurch wird eine Unterkühlung der Proben ermöglicht. Ein weiter Vorteil der Levitation besteht in der Möglichkeit, die unterkühlte Probe zu beobachten, und die heterogene Nukleation durch einen Trigger kontrolliert einzuleiten. Am Institut für Materialphysik im Weltraum am Standort Köln werden die Methoden der elektrostatischen Positionierung, sowie der elektromagnetischen Levitation angewendet, da diese es ermöglichen, die Proben tiegelfrei zu prozessieren und zu erhitzen.

## 9 Elektromagnetische Levitation

Die im Rahmen der Masterarbeit aufgebaute Abdampfratenmessanlage beruht auf dem Prinzip der elektromagnetischen Induktion. Es basiert grundsätzlich auf der Induzierung von Wirbelströmen durch ein äußeres Magnetfeld in eine elektrisch leitende Probe. Eine, von einem hochfrequenten Wechselstrom durchflossene, konische Spule erzeugt die Magnetfelder. Das Magnetfeld induziert Wirbelströme in der Probe welche aufgrund des Gradienten des äußeren magnetischen Wechselfeldes zu einer Lorenzkraft auf die Probe führen. Die Lenz'sche Regel beschreibt die hervorgerufene Abstoßung, welche der Erdanziehung entgegenwirkt, und somit ein Schweben der Probe ermöglicht. Eine ausführliche Beschreibung dieser Technik findet sich bei Fromm und Jehn [6]

Aufgrund unterschiedlicher Dichten und Leitfähigkeiten der zu prozessierenden Materialien ist ein individuelles Anpassen der Wechselstromstärke und gegebenenfalls auch ein abgeändertes Spulendesign notwendig.

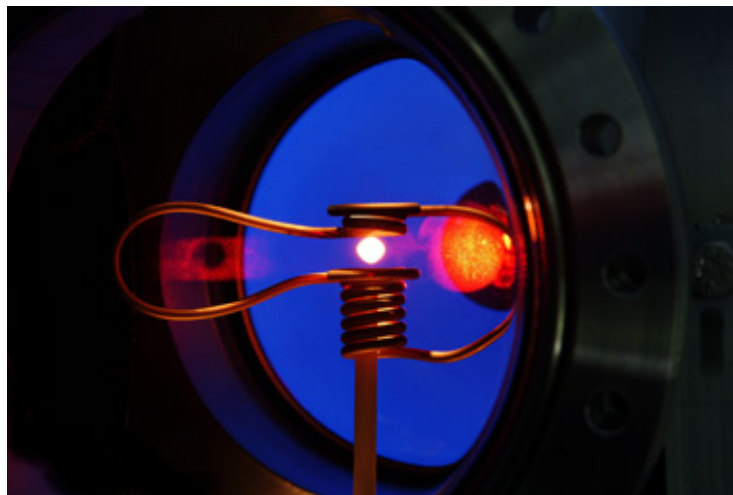


Abbildung 7: Elektromagnetisch levitierte Metallprobe in einer Levitationsspule

Die ohmschen Verluste der induzierten Wirbelströme sorgen gleichzeitig für ein Aufheizen der levitierten Probe.

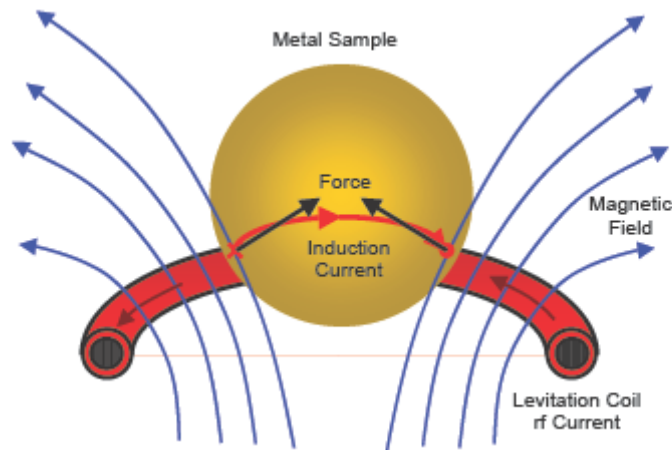


Abbildung 8: Prinzip der elektromagnetischen Levitation

Diese gewünschte Aufheizung birgt jedoch den Nachteil, dass es in den meisten Fällen nicht möglich ist, eine geschmolzene Probe alleine durch ihre Wärmestrahlung unter ihren Erstarrungspunkt abzukühlen, da eine Mindestleistung zur Levitation erforderlich bleibt. Um niedrigschmelzende, levitierte Proben zu abzukühlen werden Edelgase verwendet die die Probe konvektiv kühlen.

## 9.1 Kraft auf eine levitierte Probe

Durch die geringe Variation der Magnetfelder am Ort der Probe lässt sich seine Taylorentwicklung nach dem ersten Glied abbrechen. Die Lorentzkraft auf eine Probe wird beschrieben durch:

$$\vec{F} = \vec{\nabla}(\vec{m}\vec{B})$$

Formel 6: Lorentzkraft

Wobei  $\vec{m}$  das magnetische Dipolmoment der Probe und  $\vec{B}$  das äußere Magnetfeld ist. Die mittlere Kraft auf eine nicht ferromagnetische, gut leitende

Probe in einem homogenen Magnetfeld errechnet sich durch das Einsetzen des magnetischen Dipolmomentes in Formel 6:

$$\vec{F}_{em} = -\frac{4\pi R^3}{3} \frac{\vec{\nabla} B^2}{2\mu_0} G(q)$$

**Formel 7: mittlere Kraft auf eine levitierte Probe**

mit:

$$G(q) = \frac{3}{4} \left( 1 - \frac{3}{2q} \frac{\sinh(2q) - \sin(2q)}{\cosh(2q) - \cos(2q)} \right)$$

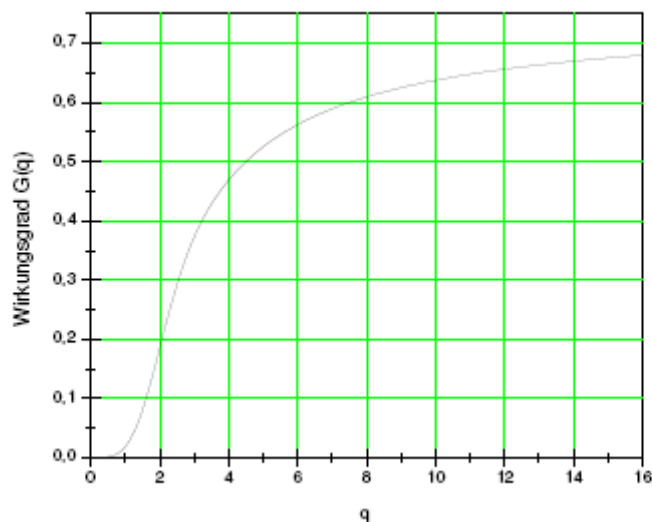
**Formel 8: Wirkungsgrad**

mit  $q = \frac{R}{\delta}$  (R= Radius der Probe;  $\delta = \sqrt{\frac{2}{\mu\omega\sigma}}$  Skintiefe)

$G(q)$  Wirkungsgrad der Frequenz des Hochfrequenzfeldes und der Probengröße abhängt

$\frac{4\pi R^3}{3}$  Probenvolumen

$\frac{\vec{\nabla} B^2}{2\mu_0}$  Kraftdichte.



**Abbildung 9: Wirkungsgrad G(q) über q**

Für eine verschwindende Leitfähigkeit ( $q \rightarrow 0$ ) konvergiert  $G(q)$  aufgrund der fehlenden Wechselwirkung zwischen Feld und Probe gegen 0. Für  $q \rightarrow \infty$  strebt



$G(q)$  gegen  $\frac{3}{4}$ . Um eine stabile Levitation zu gewährleisten muss die elektromagnetische zugeführte Kraft die auf die Probe wirkende Erdbeschleunigung kompensieren.

$$\vec{F}_{em} = -\vec{F}_G$$

**Formel 9: Levitationskraft**

Die Levitationseigenschaft einer Probe hängt neben ihrer Probengröße und dem gegebenen  $\nabla B$  (Gradient des Magnetfeldes) wesentlich von der Skintiefe und der Dichte des Materials ab. Die mittlere absorbierte Leistung errechnet sich aus:

$$\bar{P} = \frac{B^2}{2\mu_0} \omega \frac{4\pi}{3} R^3 H(q)$$

**Formel 10: Leistungsaufnahme**

mit:

$$H(q) = \frac{9}{4q^2} \left( q \frac{\sinh(2q) + \sin(2q)}{\cosh(2q) - \cos(2q)} - 1 \right)$$

$\frac{B^2}{2\mu_0}$  beschreibt die Energiedichte

$H(q)$  beschreibt den Wirkungsgrad, welcher von der Frequenz  $\omega$  des HF-Feldes, der Probengröße und deren Leitfähigkeit abhängt.

## 9.2 Wärmeverluste

Ohne Kühlung würde sich eine levitierte Probe aufgrund der Leistungsaufnahme ständig weiter aufheizen. Es stellt sich jedoch selbst beim Prozessieren einer Probe unter Vakuum ein Temperaturgleichgewicht ein, da Energie durch Wärmeverluste abgeführt wird. Im Vakuum treten Verluste

infolge von Wärmestrahlung auf, die durch das Stefan-Boltzmann-Gesetz beschrieben werden:

$$P_{rad} = A\sigma\varepsilon(T^4 - T_U^4)$$

**Formel 11: Stefan-Boltzmann-Gesetz**

A beschreibt die Probenoberfläche

$\sigma$  Stefan-Boltzmann-Konstante

$\varepsilon$  totale hemisphärische Emissivität

$T_U$  Umgebungstemperatur

Wird unter einer Schutzgasatmosphäre prozessiert, so treten zusätzlich Verluste durch Wärmeleitung und Konvektion auf:

$$P_{WL} = 4\pi R\lambda_{eff}(T - T_R)$$

**Formel 12: Verluste durch Wärmeleitung**

$\lambda_{eff}$  effektive Wärmeleitung unter Berücksichtigung der Konvektion

Die beiden beschriebenen Prozesse sind temperatur- und volumenabhängig. Bei niedrigen Temperaturen dominiert die Wärmeleitung, wobei bei hohen Temperaturen die Wärmestrahlung überwiegt. Kompensiert die Leistungseinkopplung genau die Wärmeverluste der Probe, so stellt sich ein Temperaturgleichgewicht ein. Im Normalfall werden die Proben konvektiv über einen Gasstrom gekühlt, der die Proben von unten anbläst. Über die Einstellung des Gasstromes lässt sich die Temperatur der Probe kontrollieren.

## 10 Experimentelle Anforderungen

Die Aufgabenstellung zur Entwicklung der Abdampfratenmessanlage umfasst den Aufbau einer Experimentierkammer mit den nötigen Anlagenteilen um folgenden Anforderungen gerecht zu werden:

- Messung von legierungsspezifischen, temperaturabhängigen Abdampfraten
  - Messung der kumulativen aufgedampften Schichtdicke
  - Aufzeichnung des abgefahrenen Temperaturprofils
- Einstellung einer spezifischen Schutzgasatmosphäre
- Messen unter verschiedenen Prozessbedingungen
  - Prozessieren einer levitierten Probe
  - Prozessieren von Probenmaterial im Tiegel
  - Prozessieren von Probenmaterial auf Keramiksubstraten

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Experimentanlage entwickelt, die all diesen Ansprüchen gerecht wird.

# 11 Experimenteller Aufbau

## 11.1 Prinzipieller Aufbau

Die Anlage zur Abdampfratenmessung von Metalllegierungen besteht im Wesentlichen aus vier Komponenten:

- Die HF-Levitationsanlage
- Die pyrometrische Temperaturmessung
- Quarzkristall-Dünnschichtmonitor (Schichtdickenmessgerät)
- Einstellbare Druckregelung für Schutzgasatmosphäre

Den zentralen Teil der Abdampfratenmessanlage bildet ein Hochvakuumrezipient, in den die zu untersuchenden Proben eingesetzt und prozessiert werden können. Im Innern des Rezipienten befindet sich das Spulensystem mit der die Probe levitiert werden kann. Wahlweise kann die Levitationsspule durch eine reine Heizspule ausgetauscht werden; die Probe kann nun ohne Levitation im Tiegel oder auf einem Keramiksubstrat aufgeheizt werden. Das Spulensystem ist über einen Induktor an den Hochfrequenz(HF)-Generator angeschlossen, welcher das Wechselfeld erzeugt. Das Einsetzen der Probe in die Spule erfolgt über einen Probenhalter, der an einer Lineardurchführung befestigt ist. Auf ihn kann die Probe aufgelegt werden. Die Lineardurchführung, auch Manipulator genannt, wird außerhalb der Anlage bedient. So sind Justierungen auch bei evakuiertem Rezipienten möglich. Die Konstruktion des Probenhalters erlaubt auch das Verwenden von keramischen Tiegeln und Substraten. Bei levitierten Proben besteht zusätzlich die Möglichkeit, sie über den Probenhalter, von unten, mit Schutzgas anzuströmen.

Der UHV<sup>7</sup>-Rezipient kann über eine Vorpumpe sowie eine Turbomolekularvakuumpumpe evakuiert werden kann.

Durch Vakuummessgeräte wird der Unterdruck der Experimentierkammer gemessen und über Monitore angezeigt. Zusätzlich kann die Kammer über ein Einlassventil mit Schutzgas geflutet werden, die integrierte Druckregelung, welche über eine Bypassleitung mit den Vakuumpumpen verbunden ist, stellt auf Wunsch einen im Vorfeld festgelegten Atmosphärendruck ein.

Somit können die Proben im Vakuum oder, wie für die zukünftigen Raumstationsexperimente vorgesehen, bei einem Druck von 400mbar Schutzgasatmosphäre prozessiert werden. Der Zugang zur Kammer erfolgt über ein DN100 Schnellverschlussfenster, wodurch ein schnelles Auswechseln der Proben sowie das Reinigen der Spule gewährleistet ist.

Über ein Einfarbenpyrometer erfolgt die Temperaturmessung der Probe. Es ist über der Kammer angebracht, und blickt axial durch ein antirefleksionsbeschichtetes Borosilikatfenster auf die Probe herab. Da sich beim Prozessieren ebenfalls abgedampfte Metallpartikel auf den Sichtfenstern ablagern, würde sich die sich ändernde Transmission der Fenster zu fehlerhaften Temperaturmessungen führen. Um dies zu umgehen, wurde das Fenster mit einem Doppelspiegelsystem abgeschirmt um das Bedampfen des Sichtfensters zu vermeiden.

Das Pyrometer ist zusätzlich mit einem Kameramodul versehen, welches ein Videosignal an einen, im Anlagengestell integrierten, TFT-Monitor liefert. Dies gewährleistet dem Anlagenbediener einen direkten Blick auf die Probe und bietet ihm die Möglichkeit, den fest/flüssig-Übergang des prozessierten Probenmaterials unmittelbar zu verfolgen. Zusätzlich liefert das Pyrometer ein Temperatursignal, welches durch einen Steuerrechner aufgezeichnet wird. Das Aufzeichnen der Prozesstemperatur ist maßgeblich für die Auswertung der Abdampfratenmessversuche.

Zur Bestimmung der materialspezifischen Abdampfrate wurde ein Quarzkristall-Dünnschichtmonitor in die Anlage integriert. Hiermit lässt sich die auf den

---

<sup>7</sup> UHV steht im weiteren Verlauf für UltraHochVakuum

Schwingkristall aufgedampfte Schichtdicke, mit einer Auflösung von wenigen Ångström bestimmen. Das Gerät verfügt über zwei Modi, es zeigt die augenblickliche Abdampfrate in Å/s sowie die kumulative aufgedampfte Schichtdicke an.

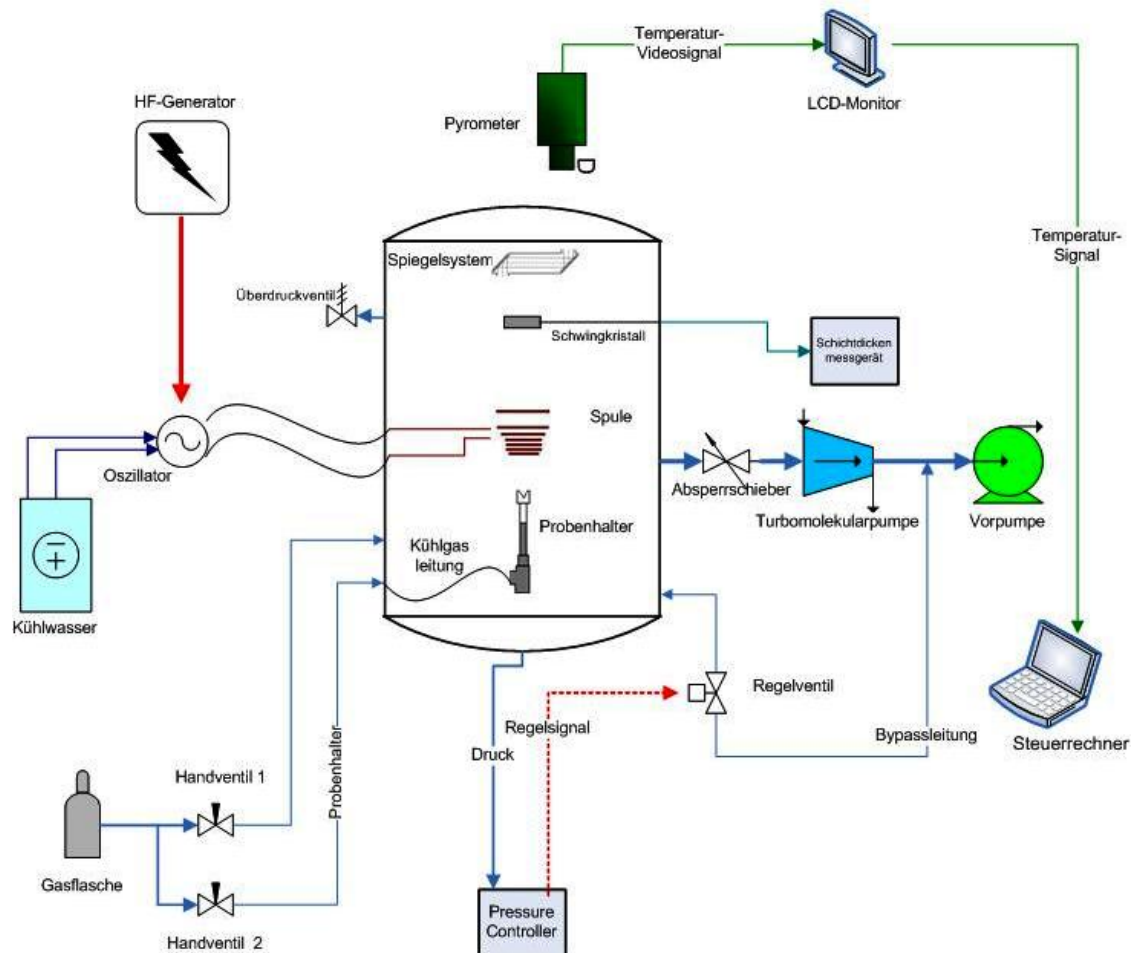


Abbildung 10: Funktionsdiagramm der Experimentierkammer

## 11.2 Rezipient

Für den Aufbau der Abdampfplattenmessanlage wurde ein neuer Hochvakuumrezipient konstruiert der für jedes anzubringende Gerät den passenden Vakuumanschluss an der benötigten Stelle bereitstellt. Trotzdem sollte eine große Variationsmöglichkeit gewahrt werden um eventuelle spätere Änderungen und Anpassungen an der Anlage verwirklichen zu können.

Zusätzlich sollte leichter Zugang zum Innenraum und dessen Komponenten sichergestellt sein.

Da serienmäßig angebotene Rezipienten die Anforderungen nicht erfüllen, wurde das Anfertigen eines eigens für diese Anlage konstruierten Behälters bei der Firma *TinosVakuum* in Auftrag gegeben.

Die Entwicklung des Rezipienten, welcher auf zwei Ebenen mit Vakuumanschlüssen ausgestattet ist, entstand anhand einer Auflistung der anzubringenden Apparaturen, deren Vakuumanschlussgrößen und der benötigten Position in der Anlage. Somit entstand ein Gehäuse mit 8 um jeweils 90° versetzten DN 35 CF Anschlüssen, sowie 4 DN100 CF Anschlüssen welche die zwei Sichtfenster, die Zuführung zu den Pumpen sowie die Durchführung für die Spulenanschlüsse aufnehmen sollten. Das Kammergehäuse besteht aus einem Edelstahlrohr, mit einer reinen Nutzhöhe von 450mm und einem Innendurchmesser von 250mm, entstehen. Beide Enden sind mit DN250 CF Anschlüssen versehen an welchen ein großes Sichtfenster am oberen Ende sowie ein Adapterflansch auf DN 35 CF am unteren Ende zur Aufnahme der Lineardurchführung.

Der Rezipient wurde in einem vorgefertigten, rollbaren Anlagengestell aus Vierkantrohren frei schwebend montiert. Das Gestell umfasst drei Ebenen, der Rezipient wurde in der mittleren befestigt. Dadurch bleibt der Zugang zu den einzelnen Anschlüssen gewahrt.

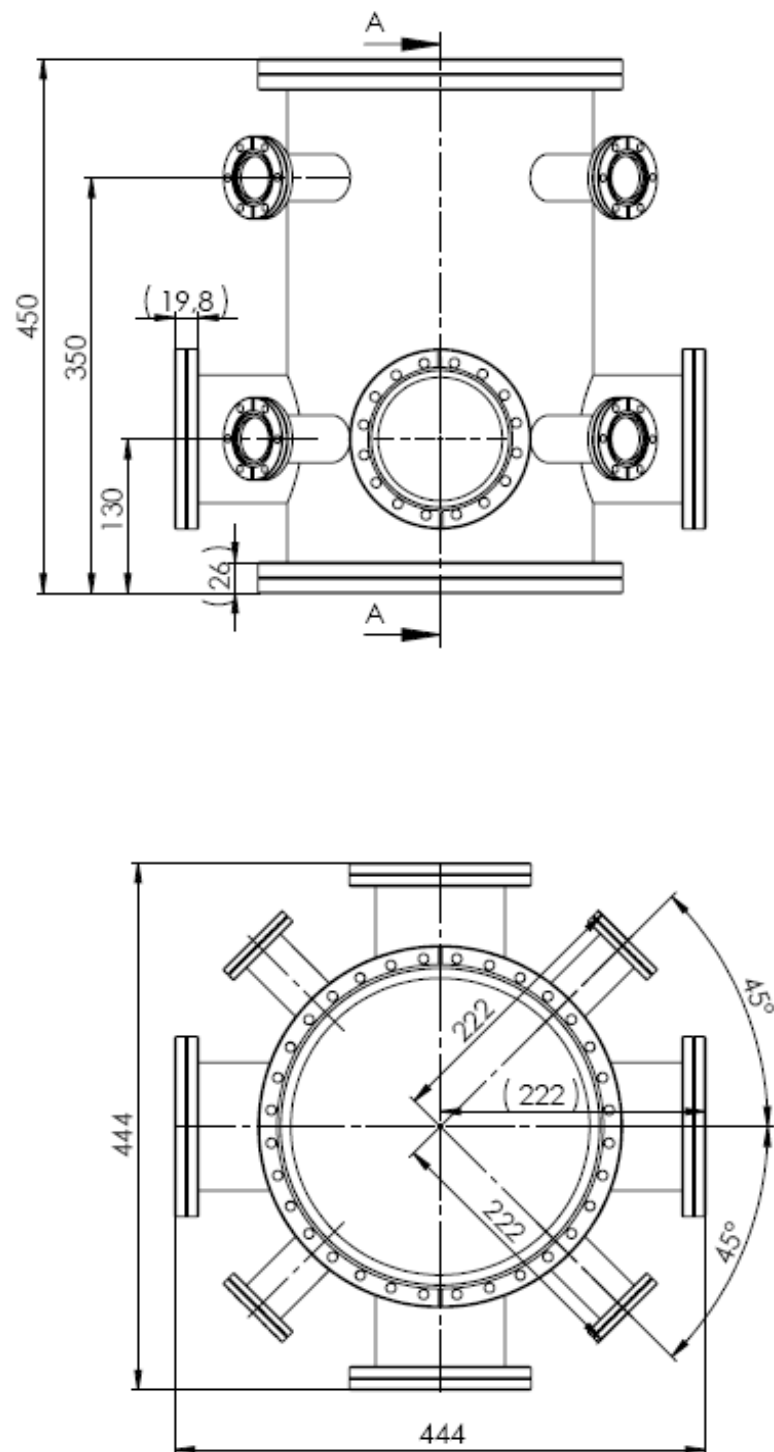


Abbildung 11: Technische Zeichnung UHV-Rezipient



### 11.3 Vakuum

Die Experimente, die während dieser Arbeit durchgeführt werden, erfolgen bei einem Unterdruck. Selbst bei Experimenten unter Schutzgasatmosphäre wird der Rezipient vor Einlassen des Schutzgases vollkommen evakuiert um jegliche Verunreinigung der Probe durch Restsauerstoff zu vermeiden.

Zur Erzeugung eines Hochvakuums stehen zwei Pumpen zur Verfügung: eine ölfreie Scroll-Vakuumpumpe zur Erzeugung des Vorvakuums sowie eine Turbomolekularpumpe Turbovac TW 300H der Firma Leybold.

Turbomolekularpumpen bestehen im Wesentlichen aus dem Pumpengehäuse, einem mehrstufigen Rotor mit Statorpaket und dem Antrieb. Der Rotor setzt sich aus einer Turbomolekularpump-Stufe und einer Holweck-Stufe<sup>8</sup> zusammen. Die Holweck-Pumpstufe erhöht den zulässigen Vorvakuumdruck deutlich gegenüber klassischen Turbomolekularpumpen. Die Pumpe wird durch einen Gleichstrom-Spaltrohrmotor angetrieben, bei dem Rotor und Statorwicklungen durch einen vakuumdichten Zylinder getrennt werden. Dadurch läuft der Rotor im Vakuum und der Motorstator bleibt außerhalb des Vakuums. Eine Vakuumdurchführung ist somit nicht erforderlich.

Die Pumpe wird von einem elektronischen Frequenzumwandler TURBO.DRIVE 300 angetrieben. Alle Funktionen, wie z.B. Drehzahlstabilisierung, Pumpenerkennung oder Temperaturüberwachung werden vom TURBO.DRIVE 300 überwacht. Dieser wird über eine externe Stromversorgung gespeist.

---

<sup>8</sup> Molekularpumpstufen mit schraubenförmigen Pumpkanälen werden als Holweck-Stufe bezeichnet. Zur Komprimierung von hohen Drücken müssen die Abmaße der Pumpkanäle der mittleren freien Weglänge der Gasmoleküle entsprechen.



Abbildung 12: Leybold Turbovac TW 300H

Zu Beginn des Abpumpvorganges wird der Rezipient über die Scroll-Vorpumpe<sup>9</sup> bis zu einem Unterdruck von  $1 \times 10^{-2} \text{ Pa}$  evakuiert. Erst jetzt kann die Turbopumpe, die mit der Vorpumpe in Reihe geschaltet ist, hinzugeschaltet werden. Sobald ein Hochvakuum von  $1 \times 10^{-7} \text{ Pa}$  erreicht ist können beide Pumpen durch ein manuelles Schiebeventil vom Rezipienten getrennt werden. Der Betrieb der Anlage unter einer Schutzgasatmosphäre kann im Durchfluss erfolgen; durch die an der Anlage betriebene Druckregelung wird trotz eines konstanten Schutzgasstromes auf einen im Vorfeld eingestellten Druck geregelt. Über ein, von der Druckregleinrichtung angesteuertes, Schmetterlingsventil ist die Experimentieranlage zusätzlich über eine Bypassleitung mit der Vorpumpe verbunden.



Abbildung 13: Leybold Scroll Vorvakuumpumpe [7]

---

<sup>9</sup> Scroll-Pumpen sind Verdrängerpumpen mit zwei ineinander liegenden archimedischen Spiralen, wobei die eine feststehend ist und die zweite exzentrisch auf einer kreisförmigen Bahn läuft. Das Gas wird so zur Mitte hin immer weiter komprimiert und abtransportiert.

## 11.4 Druckmessung bis $1 \times 10^{-10}$ mbar

Die Druckmessung im Bereich von 1 Bar bis zu  $1 \times 10^{-10}$  mbar übernimmt ein ATMION-Vakuummessgerät der Firma VACOM. Seine Funktion basiert auf der Kombination eines, nach dem Piraniprinzip aufgebauten, Wärmeleitungs-vakuummeters und einem Bayard-Alpert-Ionisationsvakuummeter. Die Umschaltung von Pirani- auf Bayard-Alpert Messprinzip erfolgt bei einem Druck von  $1 \times 10^{-3}$  mbar.

Die Auswerteelektronik ist bei diesem Gerät bereits im Gehäuse integriert und liefert ein analoges Ausgangssignal zwischen 0 und 10Volt, welches dem Logarithmus des Druckes mit 0,625 Volt pro Dekade proportional ist. Die Druckausgabe dieses Messsystems ist mit Stickstoff kalibriert und muss je nach Gasart mit einem Korrekturfaktor belegt werden.

Die Druckmessung kann mit Korrekturfaktoren ebenfalls für reine Gase, jedoch nicht für Gasgemische verwendet werden.



Abbildung 14: Atmion Wide Range Manometer

#### **11.4.1 Pirani-Messsystem**

Das Pirani-Messsystem basiert auf der druck- und gasartabhängigen Wärmeabgabe eines stromdurchflossenen Metalldrahtes. Die Wärmeabgabe ist abhängig von der Wärmeleitung des Gases, der Wärmestrahlung, sowie der Konvektion des Gases. Um Störgrößen möglichst gering zu halten, wird als Sensor ein sehr dünner Draht verwendet und zudem wird bei einer konstanten Drahttemperatur gearbeitet. Hierzu wird der Drahtwiderstand in einer Wheatstone-Brücke gemessen und über eine interne Regelung konstant gehalten. Außerdem wird die dem Draht zugeführte Leistung gemessen. Unterhalb von 10 mbar überwiegt die Druckabhängigkeit der Wärmeleitung durch das Gas, Konvektion findet im Wesentlichen oberhalb von 100mbar statt.

#### **11.4.2 Bayard-Alpert-Messsystem**

Das Bayard-Alpert-Messsystem beruht auf der Ionisation der Gasatome durch Elektronen. Diese werden aus einer geheizten Kathode emittiert, anschließend zum Gitter beschleunigt und ionisieren das Gas. Die innerhalb des Gitters erzeugten Ionen werden zum Kollektor hin beschleunigt und erzeugen den Messstrom. Der Kollektorstrom ist über einen weiten Bereich dem Gasdruck proportional, wobei er zusätzlich von der Ionisierungswahrscheinlichkeit des Gases abhängt.

## 11.5 Druckregelung

### 11.5.1 Druckmessung zwischen 0,1 und 1000 mbar

Die Druckmessung im Bereich von 0,1 bis 1000 mbar wird durch einen Absolutdruckaufnehmer der Firma MKS Instruments gewährleistet. Das Druckmessgerät Baratron 627B ist speziell für genaue und reproduzierbare Druckmessungen im Druckbereich bis 0,1 mbar geeignet. Das Messgerät liefert eine Ausgangsspannung von 0 bis 10 Volt, proportional zum Druck. Bei diesem Druckaufnehmer sind nur Teile aus Inconel dem Prozess ausgesetzt, was auch den Einsatz in korrosiver und schmutziger Atmosphäre erlaubt.

Die Messungen sind unabhängig von der Gaszusammensetzung und somit auch für Gasgemische und Schutzgasatmosphäre geeignet.



Abbildung 15: Baratron 627B [9]

### 11.5.2 Sensor

Der kapazitive Drucksensor besteht aus einer Messzelle, die durch eine Inconelmembran in eine Messkammer und eine Referenzkammer unterteilt ist. Die Messkammer ist über das Anschlussrohr dem zu messenden Gasdruck ausgesetzt. In der Referenzkammer steht der Membran eine fest montierte Keramikscheibe, auf der zwei ringförmige, konzentrische Elektroden aufgedampft sind, gegenüber. Die Elektroden bilden mit der Membran Kapazitäten, die in einer Messbrücke integriert sind. Die Referenzseite ist evakuiert, wobei ein chemisches Gettersystem das Vakuum aufrechterhält.

Hierbei bindet ein chemisch reaktiver Stoff an der Oberfläche Gasmoleküle mit den Atomen des Getters.

Die Membran wird, unabhängig von der Gasart und deren Zusammensetzung, durch die Änderung des Absolutdrucks ausgelenkt. Diese Auslenkung bewirkt eine Abstandsänderung der Membran zu den beiden Elektroden, was zu einer unsymmetrischen Änderung der Kapazitäten führt. Die Kapazitäten sind Teil einer Messbrücke, die durch einen Oszillator mit konstanter Frequenz und Amplitude gespeist wird. Die Amplitude des an der Brücke abgegriffenen Signals ist proportional der Kapazitätsverschiebung und damit zur Auslenkung der Membran. Dieses Signal wird durch eine integrierte Elektronik gleichgerichtet, linearisiert und verstärkt, und somit entsteht ein lineares Ausgangssignal zwischen 0 und 10 Volt.

### 11.5.3 Schmetterlingsventil MKS 253B Exhaust Throttle Valve

Zur unabhängigen Einstellung des Druckes und der Durchflussrate der Schutzgasatmosphäre, befindet sich zwischen der Prozesspumpe und dem Rezipienten ein Schmetterlingsventil MKS 253B Exhaust Throttle Valve, welches durch den Druckregler angesteuert wird und durch Veränderung seiner Stellung (0% → geschlossen, 100% → vollständig geöffnet) die Pumpleistung der Vakuumpumpen bestimmt.



Abbildung 16: MKS 253B Exhaust Throttle Valve

### 11.5.4 Pressure Controller MKS 651C

Angeschlossen ist der Baratron Druckaufnehmer an einen Druckregler MKS 651C Baratron, das ebenfalls von der Firma MKS Instruments stammt. Der mikroprozessorgesteuerte Druckregler verfügt über eine Selbstoptimierung der Regelvorgänge mittels eines PID-Reglers für schrittmotorgesteuerte Drosselventile. Dies gewährleistet eine schnelle, genaue und reproduzierbare Druckregelung mit justierbarer soft-start-Funktion. Integriert ist zudem eine Druck- und Ventilpositionsanzeige und fünf vorprogrammierbare Sollwerte.



Abbildung 17: MKS Pressure Controller 651C [9]

## 11.6 Temperaturerfassung

### 11.6.1 Pyrometrie

Die Temperatur einer levitierten Probe muss berührungslos gemessen werden, da sich bei Kontakt mit der Probe während des Experimentes die Wahrscheinlichkeit der heterogenen Keimbildung erhöht. Hierzu verwendet man die Strahlungspyrometrie, d.h. man misst die Temperaturstrahlung der levitierten Probe. Dieses Verfahren birgt den Vorteil, dass die Probe nicht durch den Kontakt mit einer Messsonde beeinflusst wird. Im Rahmen dieser Arbeit wurde mit einem Einfarbenpyrometer die Temperaturen gemessen. Die Messung wird bei einer Wellenlänge im Falle des Einfarbenpyrometers durchgeführt. Für eine bestimmte Wellenlänge  $\lambda$  berechnet sich für einen schwarzen Strahler die spektrale Verteilung der Strahldichte  $L_{\lambda s}$  aus der absoluten Temperatur  $T_s$  durch das Planck'sche Strahlungsgesetz[5]:

$$L_{\lambda s} = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5 \exp(ch/k_B T_s \lambda) - 1}$$

Formel 13: Planck'sches Strahlungsgesetz

Mit der Boltzmann-Konstante  $k_B$ , dem Planck'schen Wirkungsquantum  $h$  und der Lichtgeschwindigkeit  $c$ . Für kleine Werte  $\lambda T$  kann das Planck'sche Strahlungsgesetz durch das Wiensche-Strahlungsgesetz [7] angenähert werden:

$$L_{\lambda s} = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5 \exp(ch/k_B T_s \lambda)}$$

Formel 14: Wiensche-Strahlungsgesetz

Ein Metall hat bei der Temperatur  $T$  ein gegenüber einem schwarzen Strahler mit der gleichen Temperatur reduziertes spektrales Strahlungsvermögen und man erhält daher ein schwächeres Ausgangssignal. Für solche nicht-schwarz strahlenden Körper ist die "Schwarze Temperatur"  $T_g$  definiert als diejenige Temperatur, bei der ein Schwarzer Strahler die gleiche spektrale Strahldichte  $L_g$



wie der betrachtete Strahler bei der wahren Temperatur  $T$  hat. Dies wird durch den Emissionsgrad  $\varepsilon(\lambda, T) < 1$  berücksichtigt:

$$\varepsilon(\lambda, T) = \frac{L_{\lambda S}(T_g)}{L_{\lambda S}^g(T)}$$

**Formel 15: Emissionsgrad**

Zur Temperaturbestimmung benötigt man also Daten über den Temperaturverlauf des spektralen Emissionsgrades  $\varepsilon$ . Da die Emissivität metallischer Schmelzen sich nicht wesentlich in Abhängigkeit der Temperatur verändert, kann mit Hilfe einer Eichung des Faktors  $\varepsilon$  über die Schmelztemperatur der Probe und unter Annahme einer temperaturunabhängigen Emissivität der Schmelze die Temperatur der Schmelze bestimmt werden.

Im Temperatur-Zeit-Profil ist die Schmelztemperatur leicht zu bestimmen, da beim Aufschmelzvorgang die Temperatur der Probe für eine kurze Zeit konstant bleibt, weil die latente Schmelzwärme aufgebracht werden muss. Aus dem Wienschen Strahlungsgesetz erhält man im Falle eines Einfarbenpyrometers eine Näherung die zur Korrektur der Terme dient:

$$\frac{1}{T} - \frac{1}{T_p} = \frac{1}{T_L} - \frac{1}{T_{L,P}}$$

$T_L$  : Temperatur aus der Literatur

$T_p$  : gemessene Temperatur des Pyrometers

Die Emissivität kann an den meisten kommerziellen Pyrometern eingestellt werden, so dass eine absolute Temperaturkalibrierung möglich ist, sofern ein bekannter Referenzpunkt vorliegt (in diesem Fall der Schmelzpunkt). Somit erhält man einen einfachen Zusammenhang zwischen gemessener Temperatur und der echten. Daher ist auch eine nachträgliche Korrektur möglich, wenn die Abweichung nicht zu groß ist.

### 11.6.2 Pyrometer Impac IGA 140

Das Pyrometer **IGA 140** ist ein digitales, hochgenaues Pyrometer zur berührungslosen Temperaturmessung an Metallen, Keramik, Graphit etc. Um das Gerät optimal an die Anwendung anzupassen, stehen 3 verschiedene Vario-Optiken mit extrem kleinen Messfeldern zur Verfügung. Das hier verwendete Pyrometer ist mit der Vario-Optik 2 ausgerüstet, welche einen Messabstand von 190mm bis 420mm ermöglicht. Der Messabstand beträgt bei der hier aufgebauten Anlage 272mm, wodurch sich ein Messfelddurchmesser von 0,75mm ergibt. Die Geräteparameter lassen sich über eine eingebaute Tastatur verändern, die Einstellungen werden auf dem eingebauten LC-Display angezeigt. Im normalen Messbetrieb zeigt das Display die aktuelle Messtemperatur an. Das Pyrometer ist mit den seriellen Schnittstellen RS232 und RS485 ausgestattet. Über diese und die mitgelieferte Bearbeitungs- und Auswertesoftware *InfraWin* lassen sich die Geräteparameter sowie die aktuelle Messtemperatur zusätzlich über einen PC ablesen. Die Geräteparameter lassen sich auch über den PC verändern. Mit dem integrierten Kamera-Modul kann die optische Ausrichtung des Pyrometers auf das Messobjekt über einen 7“ LCD-Monitor erfolgen, welcher direkt an der Anlage montiert ist. Dies ermöglicht ein direktes Beobachten der Probe während des Prozessierens.



Abbildung 18: Pyrometer Impac IGA 140

### 11.6.3 Spiegelsystem

Wegen der in der Levitationstechnik, eingesetzten kontaktlosen Temperaturmessmethode muss sichergestellt werden, dass auf Fenstern und Spiegeln kondensierendes Material die Pyrometrie nicht beeinflusst. Durch die steigende

Opazität<sup>10</sup> der zudampfenden Fenster wird die Intensität der Temperaturstrahlung abgeschwächt und ein fehlerhaftes Temperatursignal ermittelt.

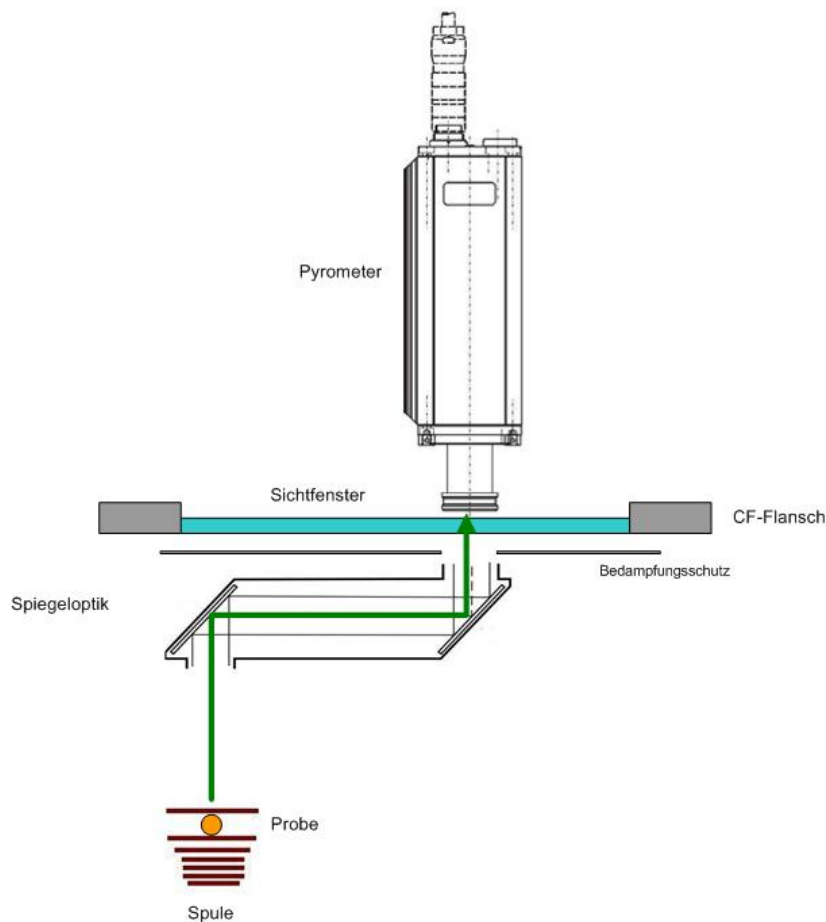


Abbildung 19: Funktion der Spiegeloptik

Nach anfänglichen Referenzversuchen zur Temperaturmessung anhand von Kupfer- und Nickelproben stellte sich heraus, dass die gemessene Probentemperatur bereits nach wenigen Minuten Prozessierzeit wesentlich von der wahren Temperatur abweicht. Um fehlerhafte Temperaturmessungen durch die sich ändernde Transmission der zudampfenden Sichtfenster zu vermeiden, wurde das Zugangsfenster der Anlage mit einer selbst konstruierten Doppelspiegeloptik abgeschirmt. Unterhalb des Pyrometer-Sichtfensters wurde ein Bedampfungsschutz in Form einer Metallplatte angebracht. Das Pyrometer blickt nun durch eine schmale Öffnung dieser Platte über zwei um 45°

<sup>10</sup> Opazität : Trübung (engl. *opacity*) ist ein Maß für die Lichtundurchlässigkeit von Stoffen

angestellte Spiegel auf die Probe. Somit ist das Sichtfenster von abgedampften Metallpartikeln geschützt, welche sich nun lediglich auf dem, über der Probe angeordneten Spiegel, absetzen können. Selbst bei völlig mit Metallpartikeln bedampften Spiegeln ändert sich der Reflexionsgrad der Spiegeloberfläche nur geringfügig, was eine über einen langen Zeitraum zuverlässige Temperaturmessung ermöglicht. Der Abstand der beiden Spiegel beträgt 35 mm, wodurch sich auch der Messabstand des Pyrometers auf 307 mm verlängert.



Abbildung 20: Sichtfenster mit Bedampfungsschutz und Spiegeloptik

## 11.7 Schichtdickenmessgerät / Quarzkristall-Dünnschichtmonitor

### 11.7.1 Schwingende Systeme zur Massenbestimmung

Die Bestimmung der Masse durch mechanische Schwinger geht von der Trägheit aus. Bei Ankopplung einer zusätzlichen Masse verändert sich die Resonanzfrequenz. Die einfach, mit hoher Präzision und ausreichend schnell erfassbare Änderung der Resonanzfrequenz ist ein Maß für die Masse.

Die Empfindlichkeit der Massenbestimmung wird durch das Intervall begrenzt, innerhalb dessen die Resonanzfrequenz reglosen Schwankungen unterliegt. Mechanische Schwinger reagieren empfindlich auf Störeinflüsse aus der Umgebung, wie z.B. Temperatur, Druck, Feuchte und Fremdfelder. Hiermit verbundene systematische Abweichungen werden entweder kompensiert oder korrigiert.

### 11.7.2 Quarzwaagen

Die Eignung des Quarzkristalls zur Massenbestimmung wurde zuerst von Sauerbrey [10] theoretisch und experimentell untersucht, der damit eine lebhafte Forschungs- und Entwicklungstätigkeit einleitete. In deren Verlauf wurde die Quarzkristall-Mikrowaage erheblich vervollkommen und erlangte große Verbreitung.

Quarزشwinger sind in vakuumtechnischer Hinsicht wegen ihrer kleinen Oberfläche und der Ausheizbarkeit ideal. Auftriebskräfte haben auf sie keinen Einfluss. Gewogen werden können allerdings nur fest an der Oberfläche ankoppelnde Massen, wie dies z.B. bei aufgedampften Schichten der Fall ist. Eine typische Anwendung ist daher der Schichtdickenmonitor in Abdampfapparaturen. Da schwingende Systeme ihr Beschleunigungsfeld selbst erzeugen, sind sie auch im gravitationsfreien Raum anwendbar.

Mit Quarzkristall-Mikrowaagen lassen sich außerordentlich hohe Empfindlichkeiten erreichen. Der Quarzkristall vereinigt langzeitstabiles piezoelektrisches Verhalten mit geringer Dämpfung, guter Konstanz der elastischen Eigenschaften, sowie geringer Sorption. Eine Quarzwaage zeichnet sich durch einen einfachen Aufbau, geringe Abmessungen sowie niedrigen Kosten aus. Die Messeinrichtung ist robust, stoßfest und unempfindlich gegenüber Schwingungen. Ihre Ausgangsgröße, die Frequenz, lässt sich leicht erfassen und weiterverarbeiten. Die Massebestimmung mit der Quarzwaage ist grundsätzlich an folgende Voraussetzungen gebunden:

- Die Masse besteht aus einem homogenen Film, der den schwingenden Bereich des Quarzes gleichmäßig bedeckt, oder aus gleichmäßig verteilten feinen Partikeln.
- Die Masse haftet vollkommen an der Quarzoberfläche.

Da die gemessene Frequenzänderung einer Massenbelegung entspricht, muss für eine Massenbestimmung die effektive Fläche des schwingenden Bereiches bekannt sein.

### 11.7.3 Resonanzverhalten

Das Resonanzverhalten eines Schwingquarzes wird durch ein elektrisches Ersatzschaltbild beschrieben, das aus der Parallelschaltung eines Serienresonanzkreises mit einer Kapazität besteht.

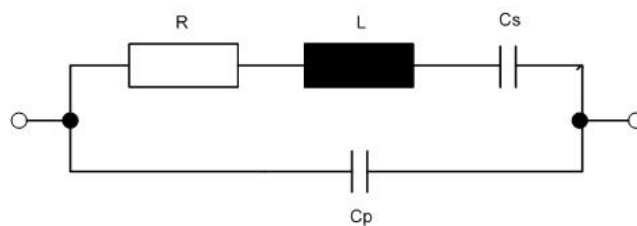


Abbildung 21: Ersatzschaltbild des Schwingquarzes

Dieses System weist eine Parallel- und eine Serienresonanz auf. Für die Wägung kommt nur ein Betrieb mit Serienresonanz in Frage, die der mechanischen Eigenfrequenz entspricht. Bei einem Schwingkristall kann der Zusammenhang zwischen der auf dem Quarz mit der Masse  $m_q$  abgeschiedenen Masse  $m$  und der dadurch verursachten Resonanzfrequenzänderung  $\Delta f$  vereinfacht durch

$$\frac{m_s}{m_q} = \frac{-\Delta f}{f_q}$$

Formel 16: Resonanzfrequenzänderung

ausgedrückt werden, wobei  $f_q$  die Resonanzfrequenz des unbeladenen Quarzes ist. Diese von Sauerbrey angegebene Beziehung gilt für Massenbeladungen, die im Vergleich zur Dicke des Quarzes dünne Schichten

darstellen. Somit kommt deren Masse, nicht aber deren Elastizität zu Auswirkung.

Die Quarzkristall-Mikrowaage wird zur quantitativen Bestimmung von Oberflächenkontamination eingesetzt. Sie stellt somit ein verlässliches Instrument zur quantitativen Abdampfratenmessung dar, das reproduzierbare Ergebnisse in gleich bleibender Qualität liefert.

#### **11.7.4 XTM/ 2 Schichtdickenmonitor**

Die Firma Leybold/INFICON bietet ein komplettes Geräteprogramm zur Messung von Beschichtungsraten und Schichtdicken für die Vakuum-Beschichtungstechnik an. Dieses Programm umfasst Sensoren und Monitore/Regelgeräte für praktisch alle gängigen Beschichtungsprozesse und -Verfahren.

Zum Einsatz kommt an der Abdampfratenmessenanlage ein XTM/2 Schichtdickenmonitor mit wassergekühlter Schwingquarz-Technik. Mit der Schwingquarz-Messtechnik wird die Massenzunahme eines dem Dampf ausgesetzten Quarzplättchens gemessen und auf die tatsächliche Schichtdicke auf dem Substrat kalibriert. Diese Technik ermöglicht damit die In-Situ-Messung der Schichtdicke und der Aufwachsrate während der Bedampfung. Die aufgedampfte Schichtdicke wird mit einer Messfrequenz von 10 Hz und einer Auflösung von 0,006 Ångström angezeigt. Die Auflösung der Abdampfrate beträgt 0,1 Å/sec. Der Schwingquarz ist in der Anlage unmittelbar über der Probe, in einem Abstand von 240mm zur Probenmitte, angebracht. Da die prozessierten Proben kugelförmig abdampfen, kann die auf den Kristall aufgedampfte Schichtdicke über den Abstand zur Probe, der dem Radius der abdampfenden Kugel entspricht, auf die Oberfläche der Probe hochgerechnet werden. Somit ergibt sich die Abdampfrate der prozessierten Kugel. Die genauen Rechenschritte werden im Kapitel 12 Validierung ausführlich erläutert.



Abbildung 22: XTM/2 Schichtdickenmonitor



Abbildung 23: Schwingquarz

## 11.8 Mittelfrequenzgenerator TIG 5

Der Mittelfrequenz -Generator ist als ortsfeste Energiequelle für die induktive Erwärmung elektrisch leitender und halbleitender Materialien mit Mittelfrequenzenergie konzipiert. Typische Einsatzgebiete sind:

- Härten
- Löten (Hartlöten, Weichlöten)
- Schweißen
- Schmieden
- Schmelzen (Tiegelschmelzen, Gießkernschmelzen)
- Glühen

Der MF-Generator gibt an seinem Ausgang über den Induktor und die Spule eine Mittelfrequenzleistung zur induktiven Erwärmung an das Werkstück ab.



### 11.8.1 AUFBAU DES MF-GENERATORS

Der MF-Generator ist aus zwei Teilen aufgebaut, dem Netzteil und dem Oszillator. Das Netzteil ist luftgekühlt, der Oszillator wird durch einen Wasserkreislauf gekühlt. Netzteil und Oszillator sind über Versorgungs- und Steuerkabel miteinander verbunden. Das Netzteil beinhaltet den Geräteschalter, das Bedienteil, die Steuerelektronik, sowie den Leistungsteil. Das Bedienteil ist an der Frontseite der Steuerelektronik angeordnet; die Steuerelektronik ist in einem 19"-3HE Einschub untergebracht.

#### Leistungsteil

Die Stromversorgung erfolgt dreiphasig. Die Netzspannung wird potentialfrei über einen Transformator und einen Brückengleichrichter dem Schaltregler zugeführt. Der Schaltregler wird mit 20 kHz getaktet und ist störstrahlungsdicht aufgebaut. Er erzeugt eine LC-gefilterte<sup>11</sup> Gleichspannung (Zwischenkreisspannung). Die Zwischenkreisspannung ist über den Sollwert im Bereich 0 ... 100% stufenlos einstellbar und bestimmt die Ausgangsleistung. Nachgeschaltete Spannungs- und Stromwandler liefern die erforderlichen Istwerte für die Steuerelektronik.

#### Oszillator

Im Oszillator befinden sich:

- Schwingkreis
- MF-Verstärker
- Überwachungselektronik des Oszillators

Der Oszillator dient der Mittelfrequenzerzeugung. Er erzeugt aus der Gleichspannung des Zwischenkreises eine sinusförmige Wechselspannung. Die Frequenz dieser Wechselspannung ist die Arbeitsfrequenz und wird durch den Schwingkreis bestimmt. Der Schwingkreis besteht aus Arbeitsspule (Induktor) und einem oder mehreren Kondensatoren. Die Übertragung der Mittelfrequenzleistung auf das Werkstück erfolgt über den Induktor. Der Induktor (Levitationsspule, Heizspule) ist werkstückabhängig und ist

---

<sup>11</sup> L: Induktivität    C: Kapazität

mitbestimmend für die Frequenz. Die Frequenz kann angepasst werden. Der Oszillator arbeitet in einer Gegentaktschaltung. Er erhält seine Rückkopplung leistungslos aus dem Schwingkreis. Dieser selbsterregte Oszillator eignet sich zur induktiven Erwärmung besonders gut, da die verwendeten Transistoren im Schaltbetrieb einen hohen Wirkungsgrad aufweisen.

Der Stromverbrauch des MF-Generators wird durch die Verluste im Schwingkreis und in der Last bestimmt. Eine Überwachungselektronik überwacht den Oszillator auf Überspannung, Wasserfehler, Hilfsspannung und die Arbeitsfrequenz. Außerdem überträgt die Überwachungselektronik Arbeitsdaten des Oszillators an die Steuerelektronik im Netzteil.

Die TIG MF-Generatoren sind im Frequenzbereich 30...300 kHz mit Ausgangsleistungen von 1,5 kW, 2,5 kW und 5 kW lieferbar, wobei bei der Abdampftrattenmessenanlage die 5 kW Version zum Einsatz kommt. Der Generator kann auf drei verschiedene Regelarten eingestellt werden: Strom (I), Spannung (U), Leistung (P).



Abbildung 24: TIG 5 MF-Generator

Damit die MF-Nennleistung des Generators auf das Werkstück übertragen wird, muss die Impedanz der belasteten Arbeitsspule (Induktor) auf den Oszillator angepasst werden.

Eine Änderung der Anpassung ändert auch die Ausgangsfrequenz. Der Oszillator stellt sich automatisch auf die geänderte Frequenz ein. Die Ausgangsfrequenz wird durch den Schwingkreis bestimmt. Dieser besteht aus einem oder mehreren Kondensatoren  $C_1 \dots C_4$ , der Vorspule  $L_{\text{vor}}$  und dem Induktor  $L_{\text{ind}}$  (Arbeitsspule). Die Vorspule ist mit vier Anzapfungen versehen, die Kondensatoren sind als Kondensatorplatten ausgeführt.

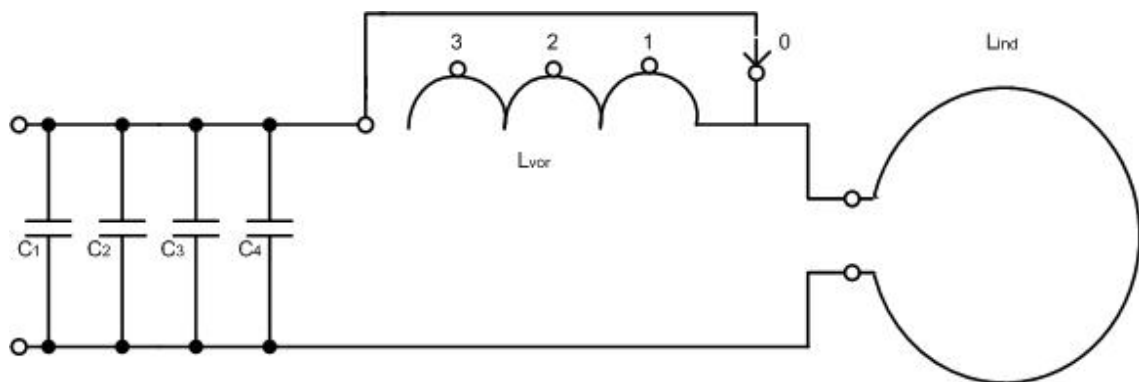


Abbildung 25: Schwingkreis parallel

Die Gesamtkapazität  $C_{\text{ges}}$  der Kondensatoren berechnet sich anhand der Einzelkapazitäten  $C_1 \dots C_4$  wie folgt:

$$C_{\text{ges}} = C_1 + C_2 + C_3 + C_4$$

Die Gesamtinduktivität  $L_{\text{ges}}$  ergibt sich aus den Einzelinduktivitäten von Induktor Lind und Vorspule  $L_{\text{vor}}$  und berechnet sich wie folgt:

$$L_{\text{ges}} = L_{\text{ind}} + L_{\text{vor}}$$

Die Ausgangsfrequenz errechnet sich folgendermaßen:

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_{\text{ges}} G_{\text{ges}}}}$$

Die Ausgangsleistung wird vom Oszillator über flexible Schläuche über den Induktor an das Probenmaterial weitergegeben. Der Induktor ist bei der Abdampfplattenmessung als Induktions- /Levitationsspule ausgelegt.

## 11.9 Spulensystem

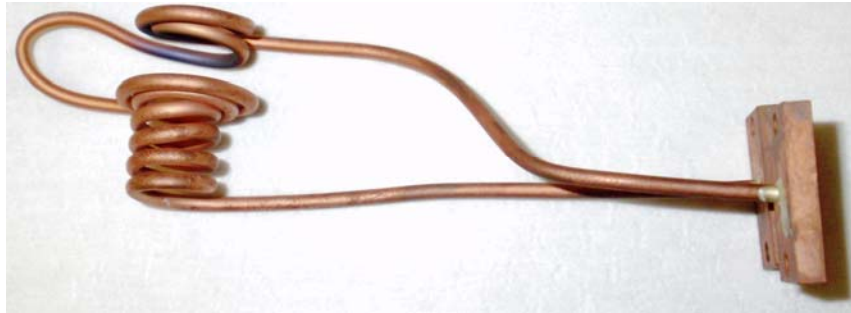
Für die Levitationsanlage wurden zwei verschiedene Spulengeometrien entwickelt. Die Levitations- und Heizspulen wurden aus elektrolytarmen Kupferkapillarrohr mit den Maßen 3x0,5 mm gebogen. Die Durchflussrate der wassergekühlten Spulen erlaubt bei einem Wasserdruck von 6bar die maximale Leistungsaufnahme von 5 kW. Die optimale Spulengeometrie, die Anzahl der oberen Windungen bzw. die Anordnung der unteren Zusatzwindungen, welche die Tragkraft der Levitationsspule vergrößert, ist stark vom Probenwerkstoff abhängig und hat sich experimentell ergeben. Die Levitationsspule zeichnet sich durch zwei Bereiche aus: Der untere Teil ist konisch gewickelt, wobei der obere Teil im Gegensatz zylindrisch gewickelt ist. Dabei ist der untere Teil entscheidend für die Tragkraft der Spule, während der obere Teil der Stabilisierung der Probe dient. Um eine Probe gegen die Schwerkraft stabil zu levitieren gilt nach Formel 9:

$$\vec{F}_{em} = -\vec{F}_G$$

Die mittlere Leistungsaufnahme ist nach Formel 10 gegeben und proportional zum Magnetfeldgradienten und Probenradius:

$$\bar{P} = \frac{B^2}{2\mu_o} \omega \frac{4\pi}{3} R^3 H(q)$$

Zur Levitation von Materialien mit hoher Dichte besteht die Notwendigkeit, bei hohem Magnetfeld gleichzeitig einen hohen Feldgradienten zu gewährleisten. Die Aufheizung der Proben in Levitationsspulen ist von der Feldstärke abhängig. Da die Levitationsspule konisch zuläuft nimmt die Felddichte im Innern der Spule zu. Ein Absenken der Probe würde prinzipiell eine stärkere Aufheizung hervorrufen. Da die Levitationskraft linear vom Feld, und somit vom Spulenstrom abhängt könnte man durch eine Verringerung der Levitationskraft eine Temperaturkontrolle der Probe erreichen. Dieses Verfahren funktioniert jedoch nur eingeschränkt, da diese Art der Temperaturregelung eine inkonstante Probenposition beinhaltet.



**Abbildung 26: Levitationsspule**

Die Temperaturkontrolle erfolgt bei Levitationsexperimenten in der Abdampfplattenmessenanlage mittels konvektiver Kühlung statt. Der Kühlgasstrom wird durch eine Öffnung des Probenhalters von unten an die Probe geblasen. Der Probenhalter ist auf einer Dreh-Schiebevorrichtung fixiert und kann als Manipulator auch zum Anheben oder Einbringen der Proben in die Spule genutzt werden. Durch einen Gasanschluss an der Seite kann durch den Manipulator und den Probenhalter der Probe gezielt Kühlgas zugeführt werden. Der Probenhalter ist aus nichtleitendem Bornitrid gefertigt, um induktive Verluste, Überschlüge und Reaktionen mit der Probe zu verhindern. Abbildung 27 zeigt das Innere der Prozesskammer. Mittig befindet sich die Levitationsspule in die der Probenhalter(weiß) mit einer Kupferprobe eingefahren wurde. An der linken Seite des Manipulators befindet sich der Kühlgasanschluss.

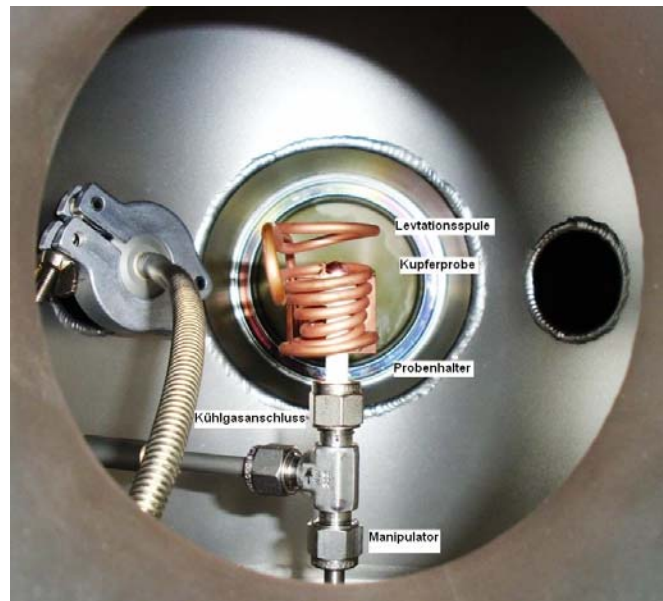


Abbildung 27: Prozesskammer

Die Regelung des konvektiven Gasstromes erfolgt manuell über ein Feindosierungsventil. Somit kann die flüssige Schmelze kontrolliert angeblasen und in ihrer Temperatur geregelt werden. Eine gezielte Erstarrung der flüssigen Schmelze durch eine Reduzierung der Feldstärke und gleichzeitiges Anblasen der Probe ist jedoch nur bedingt möglich.

Die Heizspule besteht aus zehn gleichen Windungen mit einem Innendurchmesser von 20mm, die zylindrisch angeordnet sind. In ihr können Proben in einem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Tiegel oder auf einem Keramiksubstrat aufliegend prozessiert werden.



Abbildung 28: Heizspule

Die Heizspule eignet sich für Abdampfplattenmessungen, bei denen die Proben nicht levitiert oder mit Kühlgas angeströmt werden müssen jedoch kann auch hier unter Hochvakuum oder unter Schutzgasatmosphäre prozessiert werden.

Zusätzlich können Messungen mit der Heizspule zu Referenz- und Kalibrationsexperimenten genutzt werden.

## 12 Validierung

In allen Tempus-Experimenten werden Metallproben wesentlich über ihren Schmelzpunkt erhitzt. Da der Dampfdruck exponentiell mit der Temperatur ansteigt, wird ein gewisser Teil der Proben bei Vakuumexperimenten ins Innere der Experimentierkammer verdampft, und kondensiert an den inneren Anlagenteilen wie dem Probenhalter, der Spule und den Wänden des Rezipienten. Bei Experimenten unter Schutzgasatmosphäre wird der Transport von abgedampftem Material durch Diffusionsprozesse begrenzt.

Ein wesentlicher Teil der Validierung beschäftigt sich mit der Analyse, der Ermittlung und dem Unterschied der Abdampfraten unter Vakuum und Schutzgasatmosphäre. Eine genauere Kenntnis der Unterschiede kann bei späteren Versuchen bei einer Abschätzung der zu erwartenden Abdampfrate nützlich sein.

Unabhängig von der toxischen Gefahr, die Metallpartikel in der Luft bilden, zeigen frühere Missionen, dass kondensierendes, aufdampfendes Material stabil bis zu einer Schichtdicke von 20  $\mu\text{m}$  wächst. Ein weiteres Aufdampfen vergrößert die Gefahr von sich ablösenden Metallflocken. Eine Kontamination der Anlage durch ein Ablösen von aufgedampftem Material könnte einen Abbruch der Experimente auf der Raumstation nach sich ziehen.

Durch die geringe Entfernung der Probenoberfläche zum Probenhalter und der Levitationsspule beschränkt die Schichtdicke auf diesen Komponenten die Experimentierdauer. Für die Planung der EML-Mission und die Auswahl der Proben sind die Abdampfrate und der Toxizitätsgrad der Flugproben zu berücksichtigen.

Die spätere Abdampfratenermittlung der Flugproben beschränkt sich auf eine Abschätzung des Toxizitätsgrades und ist in zwei Schritte unterteilt:

- Masseverlustexperimente von verschiedenen Materialien unter Vakuum und Gasatmosphäre
- Abschätzung der abgedampften Masse der EML-Flugproben anhand von realistischen Temperatur/Zeitprofilen



Im Abschluss an den Aufbau der Abdampfratenmessanlage (ARMA) fand eine Validierung und Verifikation der Anlagenfunktionen anhand flugähnlicher Testproben statt.

## 12.1 Versuchsaufbau

Der Versuchsstand für Abdampfratenmessungen wurde nach den Erfahrungen und Abdampfmessungen von früheren Missionen aufgebaut. Den zentralen Teil der Abdampfratenmessanlage bildet ein Hochvakuumrezipient, in den die zu untersuchenden Proben eingesetzt und prozessiert werden können. Im Innern des Rezipienten befindet sich das Spulensystem mit der die Probe levitiert werden kann. Wahlweise kann die Levitationsspule durch eine reine Heizspule ausgetauscht werden; die Probe kann nun ohne Levitation im Tiegel oder auf einem Keramiksubstrat aufgeheizt werden. Das Spulensystem ist über einen Induktor an den Hochfrequenz(HF)-Generator angeschlossen. Das Einsetzen der Probe in die Spule erfolgt über einen Probenhalter, der an einer Lineardurchführung befestigt ist. Auf ihn kann die Probe aufgelegt werden. Bei levitierten Proben besteht zusätzlich die Möglichkeit, sie über den Probenhalter, von unten, mit Schutzgas anzuströmen.

Der UHV-Rezipient kann über eine Vorpumpe sowie eine Turbomolekularvakuumpumpe bis zu einem Druck von  $p < 10^{-7}$  mbar evakuiert werden.

Durch Vakuummessgeräte wird der Unterdruck der Experimentierkammer gemessen und über Monitore angezeigt. Zusätzlich kann die Kammer über ein Einlassventil mit Schutzgas geflutet werden, die integrierte Druckregelung, welche über eine Bypassleitung mit den Vakuumpumpen verbunden ist, stellt auf Wunsch einen im Vorfeld festgelegten Atmosphärendruck ein.

Somit können die Proben im Vakuum oder, wie für die zukünftigen Raumstationsexperimente vorgesehen, bei einem Druck von 400mbar Schutzgasatmosphäre prozessiert werden.

Über ein Einfarbenpyrometer erfolgt die Temperaturmessung der Probe. Das Pyrometer liefert ein Temperatursignal, welches durch einen Steuerrechner

aufgezeichnet wird. Das Aufzeichnen der Prozesstemperatur ist maßgeblich für die Auswertung der Abdampfratenmessversuche.

Zur Bestimmung der materialspezifischen Abdampfrate wurde ein Quarzkristall-Dünnschichtmonitor in die Anlage integriert. Hiermit lässt sich die auf den Schwingkristall aufgedampfte Schichtdicke, mit einer Auflösung von wenigen Ångström bestimmen. Das Gerät verfügt über zwei Modi, es zeigt die augenblickliche Abdampfrate in Å/s sowie die kumulative aufgedampfte Schichtdicke an. Der genaue Aufbau der Abdampfratenmessanlage ist in Kapitel 11.1 beschrieben.

## **12.2 Probenmassenverlust**

### **12.2.1 Probenpräparation (erster Schmelzzyklus)**

Vor jedem Experiment wurden die Proben durch einen Aufschmelzzyklus in der Anlage vorbereitet. Hierdurch sollen eventuelle Verunreinigungen aus dem Probenmaterial entfernt werden. Das Probenmaterial wurde in einen Keramiktiegel eingefüllt und zusammen mit diesem auf dem Probenhalter in die Heizspule der Anlage positioniert. Das Probenmaterial wurde so unter Vakuum erhitzt und über den Schmelzpunkt gebracht. Durch das Pyrometer konnte der Aufschmelzzyklus beobachtet und überprüft werden. Hiernach konnte das Pyrometer kalibriert werden, da vor dem Aufschmelzvorgang Ungenauigkeiten auftreten. Ein Grund hierfür ist, dass die Probe im festen Zustand nicht die gesamte Oberfläche des Tiegels bedeckt.

### **12.2.2 Ermittlung des Masseverlustes**

Nach dem ersten Aufschmelzvorgang verbleibt die Probe im Keramiktiegel. Anschließend wird das Gewicht des mit Probenmaterial gefüllten Tiegels ermittelt und wieder in die Anlage integriert. Vor Messungen im Vakuum wird die Anlage bis zu einem Druck von  $10^{-7}$  mbar evakuiert. Für Messungen unter Schutzgasatmosphäre wird die Kammer mit Helium bis zu einem Druck von 400 mbar geflutet und anschließend wieder evakuiert. Dieser Vorgang wird drei Mal durchgeführt um eventuelle Verunreinigungen aus der Anlage zu entfernen. Beim anschließenden Einlass des Edelgases wird der Druck bei 400 mbar

gehalten. Das Probenmaterial wird induktiv auf zwei unterschiedliche Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes erhitzt und anschließend eine Zeit lang überhitzt. Nach dem Aufschmelzen der Probe wird die Probe 3 Minuten lang in der flüssigen Phase gehalten. Nach dieser, mit einer Stoppuhr gemessenen Zeitdauer, wird der Versuch abgebrochen und die Probe wird abgekühlt. Die Genauigkeit der Zeitmessungen (einschließlich dem Beobachten des Aufschmelzens und dem Starten der Stoppuhr) beträgt 5 Sekunden (3%).

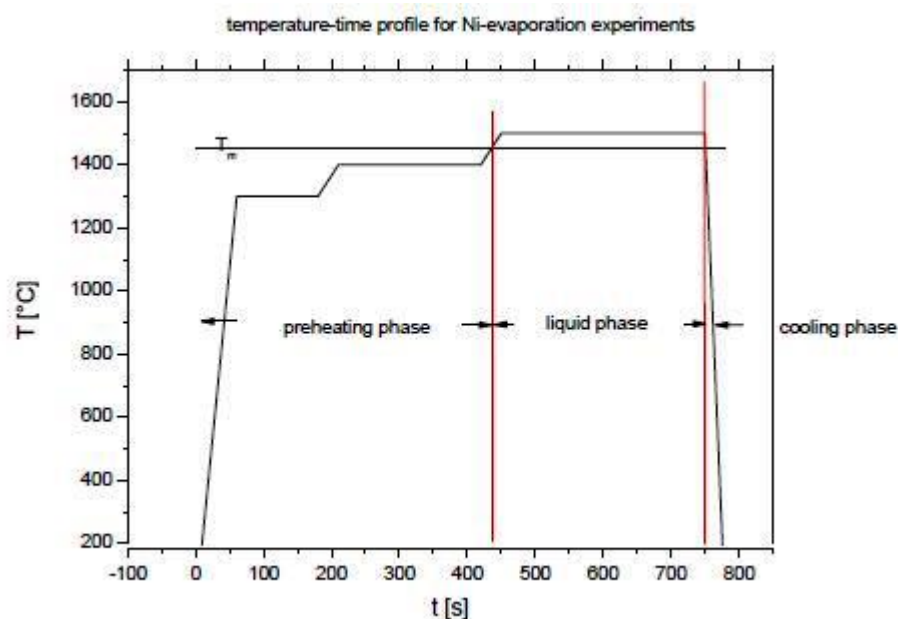


Abbildung 29: Temp/Zeit-Profil Masseverlustmessung Nickel

Alle weiteren Validierungsexperimente mit anderen Probenmaterialien wurden mit identischem Ablauf durchgeführt, lediglich die spezifische Schmelztemperatur wurde angepasst.

Die Masse des Probenbehälters und der Probe wurden vor und nach jedem Schmelzzyklus gemessen und so die abgedampfte Masse ermittelt.

### 12.3 Messergebnisse- Masseverlustexperimente

Die Masseverlustexperimente wurden mit NiMnGaCo-Proben durchgeführt und wie beschrieben prozessiert. Die Maximaltemperaturen, Masseverluste und Abdampfzeiten sind unter 12.5.7 aufgeführt.

Für jedes Material wurden drei oder mehr Experimente durchgeführt. Die Überhitzungstemperaturen der jeweiligen Proben betrugen 50-150K über dem Schmelzpunkt, da dies auch den Temperaturen beim zukünftigen EML-Experiment entspricht. Durch einen Vergleich der Experimente im Vakuum und unter 400 mbar Schutzgasatmosphäre kann ein Faktor für die unterschiedlichen Abdampfzeiten und den Vergleich Vakuum zu Gasatmosphäre errechnet werden. Bei der hier vorgestellten Experimentieranordnung wurde der Faktor 15 ermittelt; welcher beschreibt, dass überhitzte Proben im Vakuum 15 Mal mehr Masse abdampfen als in Atmosphäre. Für druckabhängige Abdampfzeitenmessungen ist jedoch ein ausführlicheres Versuchsprogramm nötig.

### 12.4 Berechnung des abgedampften Materials

Neben der hier vorgestellten Methode des Wiegens kann die abgedampfte Menge zur Überprüfung auch rechnerisch ermittelt werden. Die spezifische Abdampfzeit ( $\text{g}/\text{cm}^2\cdot\text{s}$ ) wird hierbei aus der aufgedampften Schichtdicke, der Prozessierzeit, der Materialdichte und dem Geometriefaktor errechnet:

$$\omega_i = \frac{\text{Schichtdicke}(\text{cm}) \cdot \frac{\text{Abs tan dSensor}^2}{\text{Pr obenradius}^2} \cdot \text{Dichte}(\text{g} / \text{cm}^3)}{\text{Zeit}(\text{s}) \cdot \text{cm}^2}$$

Abbildung 30:errechnete Abdampfzeit

Die Wiegeversuche dienen der Berechnung als Grundlage und der Überprüfung der Rechenergebnisse.

Folgende Annahme wird für die Berechnungen vorausgesetzt:

- Basierend auf den Messungen unter Vakuum und 400 mbar Schutzgasatmosphäre wird der Faktor für die verminderte Abdampfrate unter Gas mit dem Faktor 15 einbezogen.

Im Folgenden werden die Berechnungsschritte für die Ermittlung der Abdampfrate erläutert. Das Berechnungsschema beschreibt die Abdampfrate und ist in Verbindung mit den Messparametern für Reinmetalle und Legierungen gültig. Das Berechnungsschema errechnet nur die abgedampfte Masse und gibt keine Auskunft über das Abdampfen einzelner Legierungsbestandteile.

Die Gleichung beschreibt die temperaturabhängige Abdampfrate  $w$  eines Metalls:

$$w(T) = w_0 \cdot e^{y(T-T_0)}$$

**Formel 17: Abdampfrate**

Mit der gemessenen Abdampfrate  $w_0$  am Schmelzpunkt, der Temperaturabhängigkeit  $y$  und dem Schmelzpunkt  $T_0$ .

Die Einheit für die Abdampfrate beträgt  $[g/cm^2s]$ .

Das Integral der Abdampfrate über die Zeit beschreibt die aufgedampfte Masse pro  $cm^2$ .

$$v = \int_{t_0}^{t_1} w(T) dt = \int_{t_0}^{t_1} w_0 e^{y(T(t)-T_0)} dt$$

**Formel 18: Integral der Abdampfrate über die Zeit**

Mit diesen Formeln wurden die ermittelten Abdampfraten errechnet. Der Masseverlust unter Gasatmosphäre wurde aus der Division der Abdampfrate unter Vakuum mit dem Faktor 15 bestimmt. Durch fehlende Konvektion besteht die Möglichkeit, dass unter  $\mu G$ -Bedingungen weniger Material abdampft.

Die ermittelte abgedampfte Masse der einzelnen Proben kann in ein rechnergestütztes Simulationsprogramm eingetragen werden. Der Simulator kann nun die aufgedampfte Schicht auf Gegenständen (z.B. Fenster, Spule) in vorgegebenen Entfernungen errechnen.

## **12.5 Zusammenfassung**

### **a) Vergleich der Massenverlustes unter Vakuum und 400 mbar He-Gasatmosphäre**

Bei der Validierung wurden Versuche unter Vakuum und 400 mbar Schutzgasatmosphäre durchgeführt. Der Masseverlust für Kupfer, Nickel und NiAl wurden gemessen und die Abdampfraten verglichen. Es stellte sich heraus, dass die Abdampfraten unter 400 mbar Edelgas um den Faktor 15 geringer ausfielen im Vergleich zu Versuchen im Vakuum. In Schwerelosigkeit und ohne Konvektion muss dieser Faktor jedoch als unterer Grenzwert angesehen werden; der Unterschied zu Abdampfraten im Vakuum kann wesentlich größer sein.

### **b) Berechnung der Abdampfraten**

Bei den vorangegangenen Versuchen wurde gezeigt, dass man die Abdampfraten für schmelzflüssige Metalle und Legierungen berechnen kann. Die Prozessierzeiten bei hohen Temperaturen bestimmen im Wesentlichen die abgedampften Metallpartikel. Durch eine optimierte Probenpräparation und angepasste Prozessierzeiten kann dieser Temperaturbereich kurz gehalten und die Abdampfmengen verringert werden. Mit der Abdampfratenmessenanlage ARMA ist es nun möglich, verlässliche, temperatur- und druckabhängige Abdampfwerte für den Simulator zu entwickeln. Für die genaue Bestimmung des Schichtdickenwachstums auf der Spule, für die jeweiligen MSL-EML Proben ist jedoch eine ausführliche Versuchsreihe notwendig.

#### **12.5.1 Umgebungsbedingungen**

Die Versuche fanden unterkontrollierten Laborbedingungen statt:

- Raumtemperatur: 21°C

- Luftfeuchtigkeit: 60%
- Luftdruck: Umgebungsdruck

### 12.5.2 Anpassung und Überprüfung der pyrometrischen Temperaturmessung

Die Proben temperatur wurde mit einem Pyrometer gemessen. Das Pyrometer blickt durch das axiale Fenster der Vakuumkammer über ein Spiegelsystem auf die prozessierte Probe. Der Messfleck des Pyrometers beträgt 0,7 mm im Durchmesser. Die Emissivität des Pyrometers wurde vor jedem Experiment an die Probenoberfläche eingestellt und am jeweiligen Schmelzpunkt der Probe beim Prozessieren angepasst. Der Fehler bei der Temperaturmessung beträgt 10K.

Vor jeder Messung wurde die Position des Messflecks auf der Probenoberfläche kontrolliert und eingestellt. Für die pyrometrische Temperaturmessung wurde ein Impac IGA 140 TV Pyrometer mit einem Messbereich von 300° bis 2000°C verwendet.

### 12.5.3 Waage

Die Masse der Proben und der Tiegel wurden mit einer AT120 Waage der Firma Mettler gemessen. Die Genauigkeit der Probe beträgt 0,1 mg. Dezimalstellen jenseits von 0,1 mg wurden nicht beachtet.

### 12.5.4 Probenmaterial

Das Probenmaterial wurde von der Firma Chempur geliefert. Die Reinheit der benutzten Metalle ist unten aufgelistet.

Material	Reinheit	Lieferant	Ausführung
Ni	99,999%	Chempur	5mm Stab
Mn	99,99%	Chempur	6mm Stab
Co	99,99%	Chempur	6,35mm Stab

Tabelle 1: Probenmaterial

Für Experimente unter Gasatmosphäre wurde Helium mit einer Reinheit von 6.0 verwendet.

### 12.5.5 Experimentdurchführung

Alle Versuche wurden am Institut für Materialwissenschaft im Weltraum der DLR in Köln durchgeführt. Hierbei wurden folgende Geräte verwendet:

Firma	Typ	Seriennummer
<b>Druckmessgeräte</b>		
Atmion	Wide Range Manometer	A041/1002C
MKS	Baratron 627B	
<b>Pumpsystem</b>		
Leybold	Turbovac TW 300H	1287160215
Leybold	Scroll Vorvakuumpumpe	
<b>Hochfrequenzgenerator</b>		
Hüttinger	TIG 5 MF	1-09320/15
<b>Pyrometer</b>		
Impac	IGA 140 TV	1390
<b>Schichtdickenmessgerät</b>		
Leybold/INFICON	XTM/2	
<b>Waage</b>		
Mettler	AT20	M86129

Tabelle 2: verwendete Geräte

### 12.5.6 Versuchsdurchführung

#### Probenpräparation

- Ablängen der gelieferten Materialstäbe an einer Diamantsäge
- Reinigung der Probe im Ultraschallbad mit Isopropanol
- Wiegen der Probe mit dem Keramiktiegel
- Lagerung der Probe und des Tiegels in einem Glasbehälter



**Erster Schmelzzyklus**

- Integrieren der Probe in des Keramiktiegel
- Integration der Probe und des Tiegels in die Anlage
- Starten der Vorpumpe
- Evakuierung der UHV-Kammer auf  $10^{-1}$  mbar
- Starten der Turbomolekularpumpe
- Evakuierung der UHV-Kammer auf  $10^{-5}$  mbar
- Überprüfung der Kühlwasserversorgung
- Starten der Pyrometermessung
- Ausrichtung des Pyrometermessflecks
- Aufheizung der Probe mit dem HF-Generators auf 100K über die Schmelztemperatur
- Optische Überprüfung des Schmelzvorgangs
- Abschaltung der HF-Leistung
- Abspeichern der Pyrometeraufnahme
- Ausbau der Probe und des Tiegels
- Wiegen des Tiegels und der Probe

**Messung des Masseverlustes**

- Integration der Probe und des Tiegels in die Anlage
- Starten der Vorpumpe
- Evakuierung der UHV-Kammer auf  $10^{-1}$  mbar
- Starten der Turbomolekularpumpe
- Evakuierung der UHV-Kammer auf  $10^{-5}$  mbar
- --Bei Versuchen unter Gas: Fluten der Kammer 400mbar statischer Schutzgasatmosphäre
- Überprüfung der Kühlwasserversorgung
- Starten der Pyrometermessung
- Ausrichtung des Pyrometermessflecks
- Aufheizung der Probe mit dem HF-Generators auf 100K über die Schmelztemperatur
- Optische Überprüfung des Schmelzvorgangs
- Verfahren eines Temperatur/Zeit-Profiles
- Messung der Abdampftrate
- Abschaltung der HF-Leistung
- Abspeichern der Pyrometeraufnahme
- Ausbau der Probe und des Tiegels
- Wiegen des Tiegels und der Probe

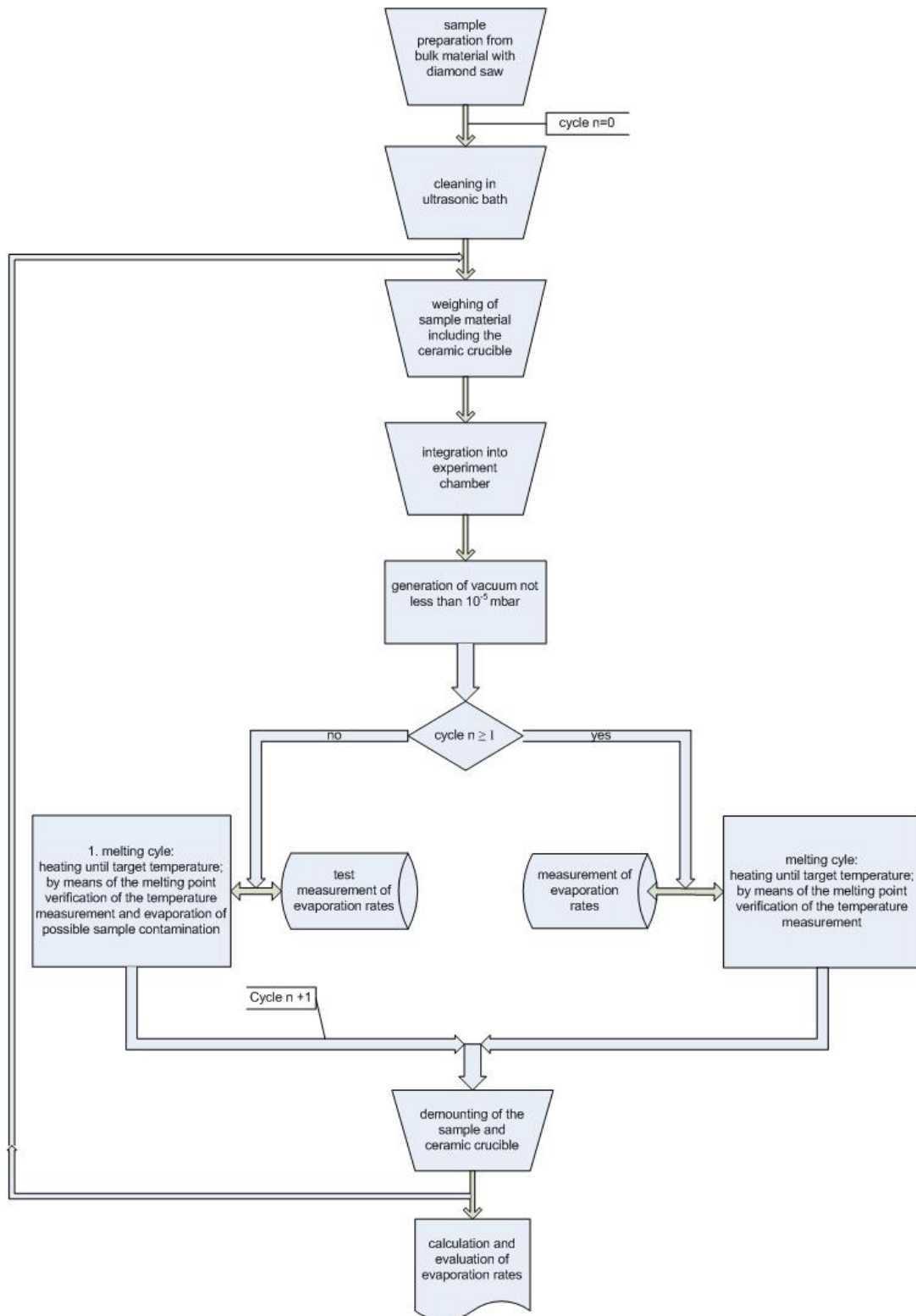


Abbildung 31: Versuchsdurchführung

### 12.5.7 Durchgeführte Experimente

Versuch	Material	Masse Tiegel	Masse Probe	Summe	Atmosphäre	Maximaltemp. °C
1	A002 NiMnGaCo	2,2342g	1,87337g	4,1077g	Vakuum	1150
2	A002 NiMnGaCo	2,246g	2,049g	4,295g	400mbar Argon	1427

### 12.5.8 Temperaturprofile

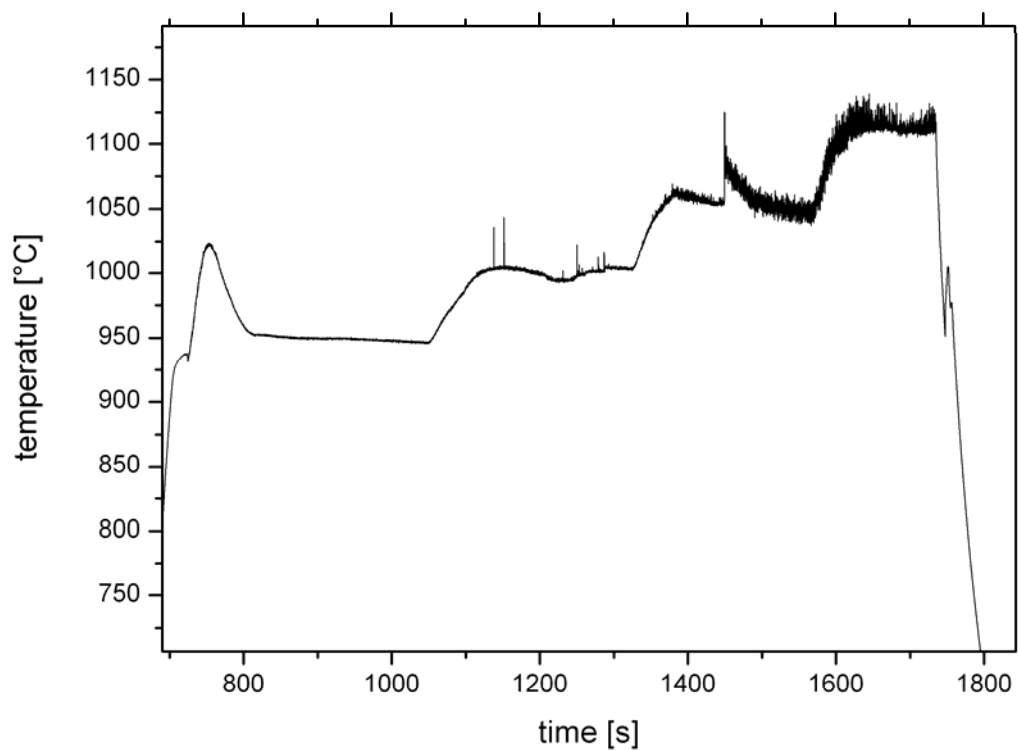


Abbildung 32: Probe Efam A002 Vakuum

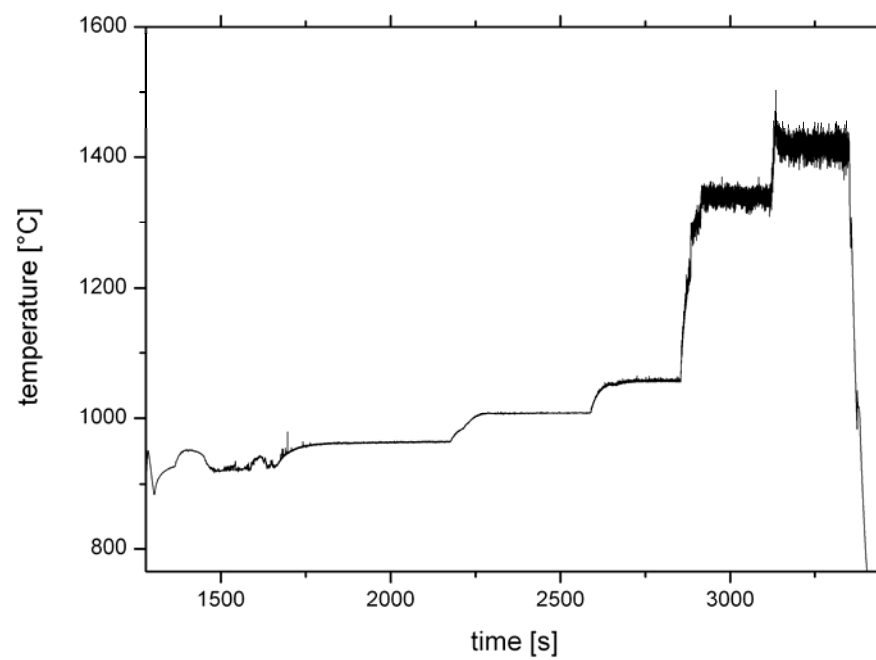
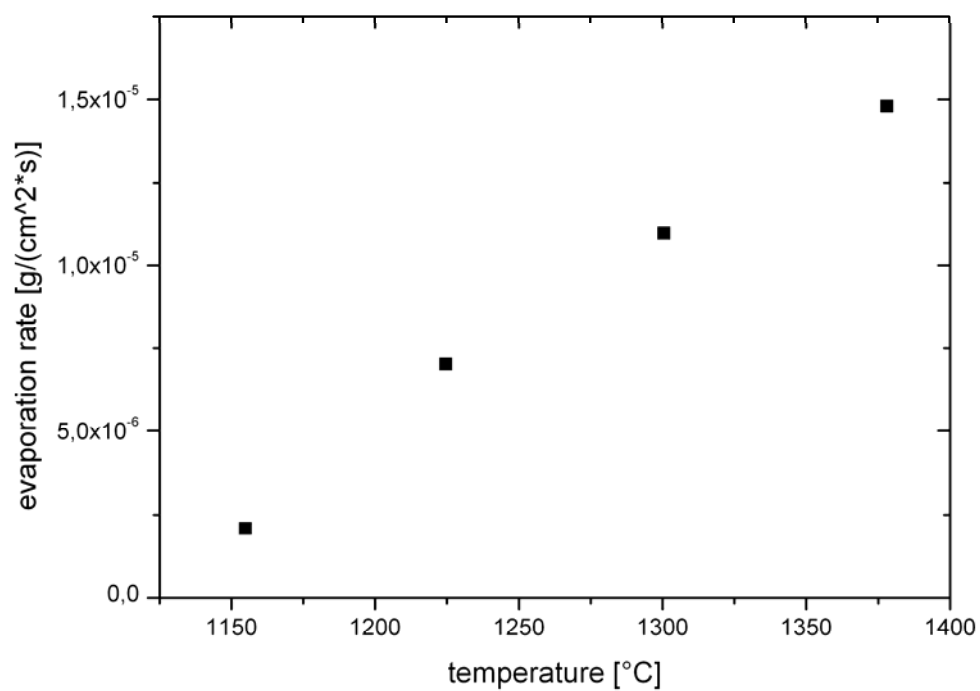


Abbildung 33: Probe Efam A002 Argon

### 12.5.9 Gemessene Abdampfraten

#### Versuch 1:



## 13 Ausblick

Weitere Schritte des Bodenbegleitprogramms zur Vorbereitung der MSL-EML Experimente sind die genaueren Spezifikationen der geplanten Probenlegierungen und deren Experimentabläufe. Zum Zeitpunkt der Validierung lag lediglich ein vorläufiger Ablaufplan der ESA und des DLR vom 11.12.2007 vor. In diesem Ablaufplan sind bereits die Probenzusammensetzungen, die Schmelz- und Maximaltemperaturen sowie vorläufige Temperaturprofile und die Zyklenanzahl vorgegeben. Unabhängig von den Toxizitätsmessungen begrenzte die Raumfahrtagentur des DLR die maximal aufzudampfende Schichtdicke auf der Spule mit  $10\mu\text{m}$  und die maximale Anzahl der Proben mit 100. Dies beschränkt die maximal aufdampfbare Schichtdicke jeder Probe auf  $0,1\mu\text{m}$ . Bei einer wechselnden Probenanzahl oder sich ändernden Ressourcen kann sich dieser Wert jedoch noch variieren.

Bisher konnten die Abdampfraten der einzelnen Proben nur abgeschätzt oder wie beschrieben näherungsweise berechnet werden. Die Erfahrungen hierzu beruhen auf den frühen Tempus-Spacelab Missionen sowie zahlreichen Parabelflugmissionen. Die Probenzusammensetzungen bestanden aus: ZrNi, NiTa, FeSi, NdFeB, NiAgCu, TiAl, Si, Ge, Ni, CuCo, AlSi-Legierungen, Stahllegierungen, FeCo und NiAl.

Für die Abdampfratenmessexperimente die im Frühjahr 2010 im Rahmen des Bodenbegleitprogramms beginnen sollen, müssen jedoch die genauen Legierungsbestandteile bekannt sein. Ein weiteres Ziel des Bodenbegleitprogrammes wird das Messen des materialspezifischen Abdampfens der einzelnen Legierungsbestandteile in Proben sein. Zu diesem Zweck sollen, in der Probenkammer montierte, Spiegel während der Prozessierphasen mit Metall bedampft werden. Das Bundesamt für Materialforschung (BAM) in Berlin verfügt über ein Analyseverfahren, bei dem Proben in Säure zersetzt und auf ihre Bestandteile untersucht werden können. Das Wissen über das materialspezifische Abdampfverhalten von Legierungen bietet die Möglichkeit, die Daten in einen elektronischen Simulator

einzuarbeiten, der von der Firma SEA GmbH entwickelt wird. Mit ihm soll das Verhalten von Prozessierten Proben simuliert werden können. Der Simulator soll die Wissenschaftler beim Ausarbeiten der Prozessparameter für die EML-MSL-Experimente unterstützen.

Im Frühjahr 2010 beginnt die Bestimmung des Toxizitätsgrades der 18 Flugproben für Batch 1. Die Messungen bilden die Grundlage für die Simulatorberechnungen des Toxizitätsgrades und der aufgedampften Schichtdicken. Ohne diese Messungen kann keine Planung zur Aufteilung der knappen Ressourcen stattfinden.

## Inhaltsverzeichnis

<b><u>1</u></b>	<b><u>Zweck</u></b> .....	<b>3</b>
<b><u>2</u></b>	<b><u>Geltungsbereich</u></b> .....	<b>3</b>
<b><u>3</u></b>	<b><u>Begriffe und Abkürzungen</u></b> .....	<b>3</b>
<b><u>4</u></b>	<b><u>Verfahren</u></b> .....	<b>3</b>
4.1	<u>Allgemeine Vorsichtsmaßnahmen</u> .....	3
4.2	<u>Betrieb der Marssimulationsanlage MASIMKA</u> .....	3
4.1.1	<u>Öffnen des Rezipienten</u> .....	3
4.1.2	<u>Bestückung mit Prüfgut</u> .....	4
4.1.3	<u>Schließen des Rezipienten</u> .....	4
4.1.4	<u>Abpumpen des Rezipienten</u> .....	4
4.1.5	<u>Versuchsbeendigung</u> .....	4
<b><u>5</u></b>	<b><u>Mitgeltende Anlagen</u></b> .....	<b>4</b>
<b><u>6</u></b>	<b><u>Änderungsdienst</u></b> .....	<b>4</b>

## **14 Anhang A Arbeitsanweisung**

**QMH ME**

### **Arbeitsanweisung**

## **Nutzung der Abdampffratenmessanlage ADAM**

**DOKUMENT NR.:** QMH-MP  
**AUSGABE:** 1  
**DATUM:** 07.11.2009

**ERSTELLT:** \_\_\_\_\_  
03.11.2009, DIPL. ING. D. HEUSKIN (MP)

**GEPRÜFT:** \_\_\_\_\_  
DATUM, DR. S. SCHNEIDER (MP)



## Zweck

Diese Arbeitsanweisung beschreibt die Nutzung des Hochvakuum-Pumpstands, ARMA, zur Simulation von Weltraumbedingungen

## Geltungsbereich

PEA □ des Instituts für Materialphysik im Weltraum des DLR, Geb. 21

## Begriffe und Abkürzungen

AA	Arbeitsanweisung
BA	Bedienungsanleitung
DLR	Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V.
MA	Mitarbeiter
MP	Institut für Materialphysik im Weltraum
PEA □	Bereich □ der Planetary and Space Simulation Facilities

## Verfahren

Die Abdampfratenmessanlage darf nur von eingewiesenem Laborpersonal im Bereich des PEA □, das mit dieser AA völlig vertraut ist, benutzt werden.

### 4.1 Allgemeine Vorsichtsmaßnahmen

Die Standardvorschriften zur Arbeitssicherheit im Labor sind zu berücksichtigen. Dazu zählt das Tragen von Schutzbrillen, fettfreien Silikon- oder Baumwollhandschuhen und geeigneter Laborkleidung. Bei der Nutzung der Abdampfratenmessanlage muss der Anwender mit dem System vertraut sein und die verschiedenen Einbau- und Einstellungsmöglichkeiten kennen. Nach Beendigung des Versuches muss auf Ordnung und Sauberkeit am Arbeitsplatz geachtet werden.

### 4.2 Betrieb der Abdampfratenmessanlage

#### Zulässige Prüflinge

Es sind nur Prüflinge erlaubt, die nicht toxisch, radioaktiv oder ätzend sind. Darüber hinaus sollen die Prüflinge frei von Öl und Fett sowie ausgasenden Materialien sein.

#### 4.1.1 Öffnen des Rezipienten

##### 4.1.1.1 Vorbereitung

Externe Geräte abstellen:

Bevor das Kammergehäuse geöffnet wird muss sichergestellt sein, dass

- die dazugehörigen Vakuumpumpen abgestellt und zum Stillstand gekommen sind

#### **4.1.1.2 Den Rezipienten belüften (falls noch mit Unterdruck beaufschlagt)**

Dazu

- das Hauptventil zur Turbopumpe öffnen
- das Belüftungsventil seitlich an der Vorpumpe öffnen

Wenn der Druckausgleich erreicht ist (an der Druckanzeige erkennbar),

- das Hauptventil zur Turbopumpe schließen
- das Belüftungsventil seitlich an der Vorpumpe schließen

#### **4.1.2 Bestückung mit Prüfgut**

Das Prüfgut und die Innenseite der Kammer dürfen nicht mit öl- oder fetthaltigen Materialien verunreinigt sein/werden.

Beim Einsetzen des Prüflings in die Kammer darauf achten, dass nicht die Dichtflächen am Flansch oder Deckel der Kammer verkratzt oder verschmutzt werden.

Prüfling so befestigen oder auf das Substrat legen, dass kein Ansaugen in die Pumpe möglich ist.

#### **4.1.3 Schließen des Rezipienten**

- Darauf achten, dass sich keine Kabel oder Leitungen zwischen den Dichtflächen befinden, die ein vollständiges Schließen behindern

#### **4.1.4 Abpumpen des Rezipienten**

- Versichern, dass das Handventil zur Turbopumpe geöffnet ist
- Pumpstand konform der Gerätebedienungsanleitung starten

#### **4.1.5 Versuchsbeendigung**

- Siehe 4.1.1.

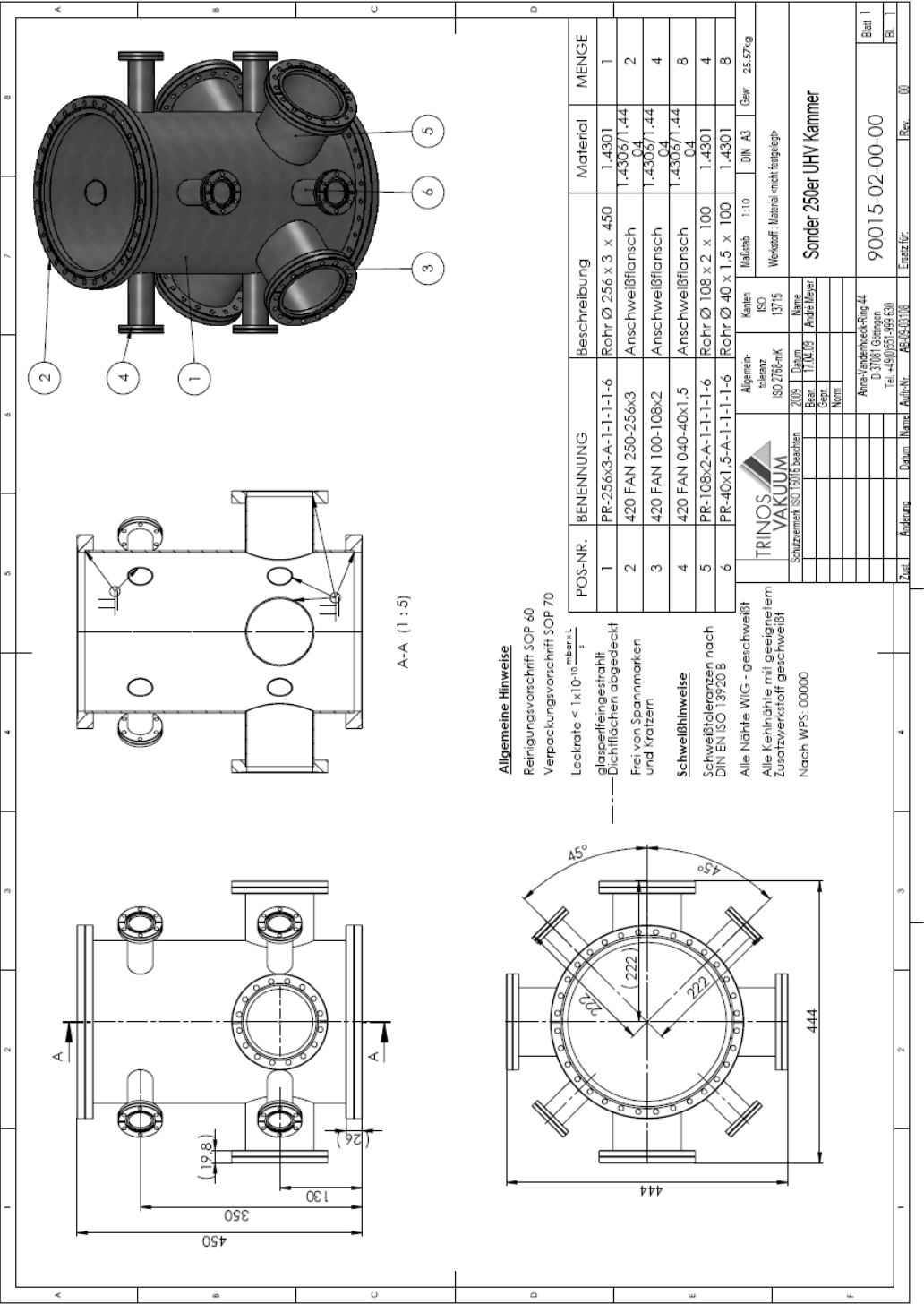
### **Mitgeltende Anlagen**

### **Änderungsdienst**

Für die Weiterentwicklung und Pflege dieser AA ist der Laborleiter zuständig.

# 15 Anhang B

## 15.1 Konstruktionszeichnung



## 16 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematische Darstellung des Spulensystems der TEMPUS-Anlage .....	6-17
Abbildung 2: Die Tempus-Anlage für das Spacelab MSL-1 1997 .....	6-18
Abbildung 3: Beispielhafte Messzyklus einer $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ Probe.....	7-20
Abbildung 4: Abdampfplattenmessanlage ARMA .....	7-23
Abbildung 5: Freie Enthalpie in der flüssigen und festen Phase .....	8-24
Abbildung 6: Freie Enthalpie der Kristallbildung in Abhängigkeit vom Clusterradius .....	8-27
Abbildung 7: Elektromagnetisch levitierte Metallprobe in einer Levitationsspule .....	9-30
Abbildung 8: Prinzip der elektromagnetischen Levitation .....	9-31
Abbildung 9: Wirkungsgrad $G(q)$ über $q$ .....	9-32
Abbildung 10: Funktionsdiagramm der Experimentierkammer.....	11-38
Abbildung 11: Technische Zeichnung UHV-Rezipient.....	11-40
Abbildung 12: Leybold Turbovac TW 300H.....	11-42
Abbildung 13: Leybold Scroll Vorvakuumpumpe [7].....	11-42
Abbildung 14: Atmion Wide Range Manometer .....	11-43
Abbildung 15: Baratron 627B [9] .....	11-45
Abbildung 16: MKS 253B Exhaust Throttle Valve .....	11-46
Abbildung 17: MKS Pressure Controller 651C [9] .....	11-47
Abbildung 18: Pyrometer Impac IGA 140.....	11-50
Abbildung 19: Funktion der Spiegeloptik .....	11-51
Abbildung 20: Sichtfenster mit Bedampfungsschutz und Spiegeloptik.....	11-52
Abbildung 21: Ersatzschaltbild des Schwingquarzes .....	11-54
Abbildung 22: XTM/2 Schichtdickenmonitor.....	11-56
Abbildung 23: Schwingquarz.....	11-56
Abbildung 24: TIG 5 MF-Generator .....	11-58

---

Abbildung 25: Schwingkreis parallel.....	11-59
Abbildung 26: Levitationsspule.....	11-61
Abbildung 27: Prozesskammer .....	11-62
Abbildung 28: Heizspule .....	11-62
Abbildung 29: Temp/Zeit-Profil Masseverlustmessung Nickel.....	12-67
Abbildung 30: errechnete Abdampftrate.....	12-68
Abbildung 31: Versuchsdurchführung .....	12-74
Abbildung 32: Probe Efam A002 Vakuum.....	12-75
Abbildung 33: Probe Efam A002 Argon .....	12-76

## 17 Literaturverzeichnis

- [1] M. Volmer and A. Weber: Tröpfchenbildung in Dämpfen, Z. Phys. Chem. (Leipzig) Bd. 119, S. 227, 1926
- [2] Becker, W. Döring: Kinetische Behandlung der Keimbildung in übersättigten Dämpfen, Ann. Phys. Bd. 24, 1935
- [3] D. Turnbull, J.C. Fisher, J. Chem. Phys. 17, 71, 1949
- [4] G. Lohöfer, S. Schneider, I. Egry: Thermophysical properties of undercooled liquid Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub>, Int. Journal of Thermophysics, Vol. 22, 2, 2001
- [5] M. Planck: „Zur Theorie des Gesetzes der Energieverteilung im Normalspektrum“, Verhandlungen der Deutschen physikalischen Gesellschaft 2(1900) Nr. 17, S. 245
- [6] E. Fromm, H. Jehn: Electromagnetic forces and power absorption in levitation melting, British J. Appl. Phys. 16, 653-663, 1965
- [7] Wilhelm Wien, "Über die Energieverteilung im Emissionsspektrum eines schwarzen Körpers" in Annalen der Physik, S. 662, 1896.
- [8] MKS Instruments <http://www.mksinst.com>
- [9] Sauerbrey, G.: Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung
- [10] Vacom Vakuumtechnik [www.vacom.de/de/aktion/sub\\_front\\_007.php](http://www.vacom.de/de/aktion/sub_front_007.php)
- [11] Leybold Vacuum [www.oberlikon.com/leyboldvacuum/de/](http://www.oberlikon.com/leyboldvacuum/de/)

## 18 Formelverzeichnis

Formel 1: GIBBS Formel zur freie Energie.....	8-25
Formel 2: Energiebilanz .....	8-27
Formel 3: Entstehungsfrequenz $I_h$ bei homogener Keimbildung .....	8-28
Formel 4: Aktivierungsenergie der heterogenen Keimbildung.....	8-28
Formel 5: Entstehungsfrequenz $I_s$ bei heterogener Keimbildung .....	8-28
Formel 6: Lorenzkraft .....	9-31
Formel 7: mittlere Kraft auf eine levitierte Probe .....	9-32
Formel 8: Wirkungsgrad .....	9-32
Formel 9: Levitationskraft.....	9-33
Formel 10: Leistungsaufnahme.....	9-33
Formel 11: Stefan-Boltzmann-Gesetz .....	9-34
Formel 12: Verluste durch Wärmeleitung .....	9-34
Formel 13: Planck`sches Strahlungsgesetz .....	11-48
Formel 14: Wiensche-Strahlungsgesetz .....	11-48
Formel 15: Emissionsgrad .....	11-49
Formel 16: Resonanzfrequenzänderung.....	11-54
Formel 17: Abdampftrate .....	12-69
Formel 18: Intergral der Abdampftrate über die Zeit .....	12-69